

# Ultrasensitive Kraftsensoren für die Tieftemperatur- Magnetoresonanz-Kraftmikroskopie

INAUGURALDISSERTATION

zur Erlangung der Würde eines Doktors der Philosophie  
vorgelegt der  
Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Universität Basel

von  
Rahim Hamid  
aus Freiburg im Breisgau



Basel, 2005

Genehmigt von der Philosophisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
auf Antrag der Herren Professoren:

Prof. Dr. H.-J. Güntherodt

Prof. Dr. E. Meyer

Basel, den 25. Oktober 2005

Prof. Dr. H.-J. Wirz, Dekan

# Inhaltsverzeichnis

<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>1 MRFM-Mikroskopie</b>	<b>3</b>
1.1 Zielsetzungen der MRFM-Mikroskopie . . . . .	3
1.2 MRFM-Mikroskop und Funktionsweise . . . . .	4
1.3 Versuchsaufbau und das iOSCAR-Protokoll . . . . .	7
1.4 Detektion des Spins . . . . .	11
1.5 Komponenten des MRFM-Systems . . . . .	12
1.5.1 UHV-System . . . . .	12
1.5.2 Kryostat . . . . .	15
1.5.3 FM-Detektor . . . . .	15
1.6 Probe . . . . .	16
1.7 Cantilever . . . . .	17
1.8 Frequenzverschiebung des Cantilevers . . . . .	17
1.9 Resonanzbereich . . . . .	18
1.10 Temperaturabhängigkeit des Cantilevers . . . . .	20
1.11 Reibung und dissipative Prozesse . . . . .	22
1.11.1 Elektrostatische Kräfte . . . . .	23
1.11.1.1 Komplementäre Messung mit R-AFM-Mikroskop	24
1.11.1.2 Messung des Kontaktpotenzials . . . . .	27
1.11.2 Wechselwirkung zwischen Cantileverspitze und Probe . .	31
1.11.3 Magnetische Kräfte . . . . .	36
1.11.3.1 Cantilever-Magnetometrie . . . . .	36
1.12 Theorie der MRFM-Mikroskopie . . . . .	44
1.12.1 Die adiabatische Bedingung . . . . .	44
1.13 ESR-Messung . . . . .	46
<b>2 Optimierung der Kraftsensitivität</b>	<b>51</b>
2.1 Untersuchung der Güte . . . . .	52
2.1.1 Frequenzspektrum des thermischen Rauschens . . . . .	52
2.1.2 Amplitudenzerfall . . . . .	53
2.2 Experimentelle Anordnung . . . . .	54
2.3 Amplitudenzerfallsmessung . . . . .	55
2.4 Oxidschicht auf Silizium . . . . .	59
2.5 Schlussfolgerung und Ausblick . . . . .	62
2.5.1 Bemerkung . . . . .	62

<b>3</b>	<b>Raumtemperatur-AFM-Mikroskopie</b>	<b>63</b>
3.1	Einleitung . . . . .	63
3.2	Aufbau des R-AFM-Mikroskops . . . . .	64
3.2.1	Linearmotor . . . . .	64
3.2.2	Läuferzylinder . . . . .	65
3.2.3	Piezoröhrchen . . . . .	66
3.2.4	$z$ -Kalibrierung des Piezoröhrchens . . . . .	68
3.2.5	Spiegelmotor . . . . .	69
3.3	Experimentelle Ergebnisse . . . . .	70
3.3.1	Experimenteller Aufbau . . . . .	70
3.3.2	Kontakt-AFM-Messungen . . . . .	71
3.3.3	Wechselwirkungskräfte zwischen Probe und magnetischer Spitze des Cantilvers . . . . .	74
3.3.4	Nichtkontakt-AFM-Messungen . . . . .	77
<b>4</b>	<b>Streifenleitungsantenne</b>	<b>81</b>
4.1	Theorie der Streifenleitung . . . . .	81
4.1.1	Die Quasi-TEM Näherung . . . . .	82
4.1.2	Design der Streifenleitung . . . . .	83
4.2	Herstellung von Streifenleitungsantennen . . . . .	85
4.3	Messresultate . . . . .	86
4.3.1	Leistungsverlustmechanismen der Streifenleitung . . . . .	88
4.3.1.1	Leistungsverlust der Streifenleitung . . . . .	90
4.3.1.2	Verlust im Dielektrikum . . . . .	90
4.3.1.3	Abstrahlungsverlust . . . . .	91
4.4	Bemerkung . . . . .	92
4.5	Theorie der ESR-Spektroskopie . . . . .	92
4.5.1	Die Bloch'schen Gleichungen . . . . .	93
4.5.2	EPR-Messungen . . . . .	94
4.6	RF-Kabel . . . . .	97
	<b>Zusammenfassung</b>	<b>101</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>106</b>
	<b>Danksagung</b>	<b>107</b>
	<b>Curriculum Vitae</b>	<b>109</b>



# Einleitung

Die dreidimensionale Abbildung der Materie, basierend auf dem Prinzip der Magnetoresonanz, rückt immer mehr in den Mittelpunkt des Interesses in der Biologie und der Medizin. Eine besondere Eigenschaft der Magnetfelder ist das Eindringen in die Materie. Die Magnetoresonanz-Kraftmikroskopie (Magnetic Resonance Force Microscopy, MRFM) ist eine Kombination der MRI<sup>1</sup>-Mikroskopie und der AFM<sup>2</sup>-Mikroskopie. Das Ziel ist die Oberflächensensitivität der AFM-Mikroskopie mit der Dreidimensionalität der MRI-Mikroskopie zu vereinigen. Die kleinste Auflösungsgrenze, die mit der MRI-Mikroskopie erreicht wurde, beträgt etwa  $3.4 \mu m^3$  [1]. Dieses Volumen beinhaltet mindestens  $10^{12}$  Kernspins. Dies entspricht  $10^7$  Elektronenspins bzw. einer Elektronendichte von  $2.48 \times 10^{16} m^{-3}$  in der Elektronen-Spin-Resonanz-Mikroskopie [2].

Damit wurde das wichtigste Ziel der MRFM-Mikroskopie vorgegeben, nämlich die Detektion des Spins eines einzelnen Elektrons. Darüberhinaus sollen mit dem MRFM-System Makromoleküle, wie z. B. Proteine dreidimensional mit atomarer Auflösung abgebildet werden. Als weitere Anwendung eines MRFM-Systems wäre der Einsatz beim Auslesen der Orientierung des Spins im QUBITs (Quantum Bit) für Quantencomputer denkbar.

Das erste MRFM-System wurde 1992 in Betrieb genommen und das erste dreidimensionale MRFM-Bild mit der maximalen Auflösung von  $3 \mu m$  wurde im Jahre 1996 präsentiert [3, 4]. Wie bei allen Magnetoresonanz-Spektroskopien, wie MRI, NMR<sup>3</sup>, ESR<sup>4</sup>, SPM<sup>5</sup> und MFM<sup>6</sup>, AFM und MRFM ist die Auflösung durch das Signal-Rausch-Verhältnis (SNR: Signal-to-Noise-Ratio) begrenzt. In den letzten zehn Jahren wurden diesbezüglich grosse Fortschritte erzielt. Das Signal-Rausch-Verhältnis wurde um mehr als 100 dB reduziert, so dass das Spin-Signal eines Ensembles von weniger als 100 Elektronen gemessen werden konnte [5]. Schliesslich gelingt es Rugar et al. im Juli 2004 mit einem MRFM-System den Spin eines einzelnen Elektrons mechanisch zu detektieren [6].

J. L. Garbini und J.A. Sidles geben im Rahmen eines Programmes (Program for Achieving Single Nuclear Spin Detection) nun bekannt, dass sie den Spin eines einzelnen Atomkerns mit einem MRFM-System detektieren wollen [7].

Genau ein Jahr später berichten H. J. Mamin et al., dass sie mit dem selben

---

<sup>1</sup>englisch: Magnetic Resonance Imaging

<sup>2</sup>englisch: Atomic Force Microscopy

<sup>3</sup>englisch: Nuclear Magnetic Resonance

<sup>4</sup>englisch: Electron Spin Resonance

<sup>5</sup>englisch: Scanning Probe Microscopy

<sup>6</sup>englisch: Magnetic Force Microscope

Protokoll, das für die Detektion des Spins eines Elektrons entwickelt wurde, Kernspinmessungen an  $CaF_2$  und polymeren Polymethylmethacrylaten (PMMA) mit einer Sensitivität von etwa 2000 Kernspins erfolgreich durchgeführt haben [8].

Das Hauptziel dieses Projekts ist die mechanische Detektion des Spins eines Elektrons mit einem ultrasensitiven Kraftsensor. Die Detektion des Spins basiert auf der Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment des Elektrons und dem magnetischen Moment der magnetischen Spitze des Kraftsensors. Um dieses Ziel zu erreichen wurde im physikalischen Institut der Universität Basel ein Tieftemperatur-Ultrahochvakuum-System aufgebaut. Im Kapitel 1 werden die Funktionsweise und einige Messungen, die bei tiefen Temperaturen unter Ultrahochvakuum-Bedingungen durchgeführt wurden, präsentiert.

Für die Detektion des Spins eines Elektrons ist eine Kraftsensitivität im Attonewtonbereich erforderlich. Ein Kraftsensor mit der Sensitivität in diesem Bereich ist kommerziell nicht erhältlich. Um die Kraftsensitivität der Sensoren zu erhöhen, wurden sie unter Ultrahochvakuum-Bedingung getempert. Die Optimierung der Kraftsensitivität der Sensoren wird im Kapitel 1 diskutiert.

Für die Vorcharakterisierung des Kraftsensors und der Probe in Vorfeld des Tieftemperatur-MRFM-Mikroskopiemessungen wurde ein Mikroskop hergestellt. Mit diesem Mikroskop wurde die minimale topografische Auflösung des Kraftsensors mit einer präparierten magnetischen Spitze in Kontakt- und Nichtkontakt-AFM-Modus untersucht. Abgesehen davon wurde die Wechselwirkung zwischen dem Kraftsensor mit einer präparierten magnetischen Spitze und der Probe untersucht. Das Herstellungsverfahren des Mikroskops und die erwähnten Messungen werden im Kapitel 3 näher beschrieben.

Im Kapitel 4 werden die Herstellung und die Elektron-Spin-Resonanz-Messung, die mit der Streifenleitungsantenne durchgeführt wurden dokumentiert. Die Streifenleitungsantenne ist aufgrund hoher Güte als Ersatz für die Radiofrequenz-Spule im Tieftemperatur-MRFM-Mikroskop vorgesehen.

# Kapitel 1

## MRFM-Mikroskopie

In diesem Kapitel erfolgt zunächst eine Einführung in die Funktionsweise und die Zielsetzung der Magneto-resonanz-Kraftmikroskopie. Darüberhinaus werden einige Messungen, die bei tiefen Temperaturen und unter Ultrahochvakuum-Bedingung durchgeführt wurden, diskutiert.

### 1.1 Zielsetzungen der MRFM-Mikroskopie

Die MRFM-Mikroskopie ist eine neue Methode der Rasterkraftmikroskopie, die auf mechanischer Detektion der Magneto-resonanz basiert. Das Herzstück des MRFM-Mikroskops ist der ultrasensitive Cantilever. Eines der Hauptziele der MRFM-Mikroskopie ist die mechanische Detektion des Spins eines einzelnen Elektrons mit einem ultrasensitiven Kraftsensor bzw. einem Cantilever. Für die Detektion des Elektronenspins ist die minimal detektierbare Kraft

$$F_{min} = \sqrt{\frac{2kk_B T \Delta f_0}{\pi Q f_0}} \quad (1.1)$$

bzw. die Kraftsensitivität

$$\frac{F_{min}}{\sqrt{\Delta f_0}} = \sqrt{\frac{2kk_B T}{\pi Q f_0}} \quad (1.2)$$

im Attonewtonbereich ( $10^{-18}$  N) erforderlich. Dabei ist  $k$  die Federkonstante des Cantilevers,  $k_B = 1.3805 \times 10^{-23}$  J/K ist die Boltzmann-Konstante,  $T$  ist die absolute Temperatur,  $\Delta f_0$  ist die Signal-Bandbreite,  $Q$  ist die Güte und  $f_0$  ist die Resonanzfrequenz des Cantilevers.

Ein Cantilever mit dieser Kraftsensitivität ist kommerziell nicht erhältlich. Um in diesem Bereich sensitiv zu sein, muss der Cantilever eine sehr kleine Federkonstante  $k \leq 10^{-3}$  N/m besitzen. Darüberhinaus soll der Cantilever eine hohe Güte besitzen. Durch Tempern kann die Güte bzw. die Kraftsensitivität des Cantilevers um mindestens eine Größenordnung verbessert werden. Da der Cantilever nur bei tiefen Temperaturen und unter Ultrahochvakuum-Bedingung (UHV) im Attonewtonbereich sensitiv ist, wurde in den letzten Jahren ein Tieftemperatur-UHV-System aufgebaut. Bei tiefen Temperaturen wird

das thermische Rauschen des ultraweichen Cantilevers reduziert. Die Kraftsensitivität des von uns verwendeten Cantilevers liegt unter UHV-Bedingung und bei tiefen Temperaturen im Attonewtonbereich [9].

In der MRFM-Mikroskopie wird auf das Ende des Cantilevers eine magnetische Spitze geklebt. Mit der magnetischen Spitze wird die Wechselwirkung zwischen dem Spin der Elektronen in der Probe und dem magnetischen Moment der Cantileverspitze untersucht. Die Elektronen werden durch ein homogenes Magnetfeld polarisiert. Mit einer hochfrequenten Spule, die in der Nähe der Probe montiert ist, wird ein Magnetfeld senkrecht zum homogenen Magnetfeld in der Größenordnung einiger Gauss erzeugt. Das Magnetfeld der Spule in dieser Größenordnung ist notwendig für die Erfüllung der adiabatischen Inversionsbedingung. Durch den hohen Feldgradienten der magnetische Spitze wird die Larmor-Bedingung in räumlich kleinem Bereich erfüllt. Hohe Feldgradienten können durch kleine und hartmagnetische Materialien mit hohem Koerzitivfeld erzeugt werden. Durch eine einen Mikrometer grosse magnetische Spitze kann ein hoher Feldgradient von einigen Gauss pro Nanometer erzeugt werden.

Das homogene statische Magnetfeld wird durch das hochfrequente Magnetfeld der Spule moduliert. Für die Steuerung des Magnetfeldes der Spule wurde das OSCAR- bzw. iOSCAR-Protokoll entwickelt. Mit diesem Protokoll wird das Magnetfeld der Spule abwechselnd gleichphasig und gegenphasig zur Cantileverschwingung für die Dauer einer halben Periode des Cantilevers ausgeschaltet. Dadurch wird die  $z$ -Komponente des Elektronenspins je nach Polarisationsrichtung von  $+z$ - in  $-z$ -Richtung oder umgekehrt invertiert. Durch die alternierende Wechselwirkungskraft, die von der Richtung des Elektronenspins abhängt, verschiebt sich die Resonanzfrequenz des Cantilevers. Mit einem in der Universität Basel entwickelten digitalen FM-Detektor wird einerseits die Frequenzverschiebung des Cantilevers gemessen, und andererseits wird der Cantilever mit einer konstanten Amplitude angeregt. Mit dem FM-Detektor kann die Frequenzverschiebung des Cantilevers im Mikrometerbereich gemessen und die Amplitude des ultraweichen Cantilevers im Nanometerbereich geregelt werden.

Für die Aufnahme der Daten wurde ein Computerprogramm (Labview) entwickelt. Mit dem Computerprogramm wird die Differenz des Cantileversignals während der Zeit zwischen zwei aufeinander folgenden iOSCAR-Signalen gebildet. Dadurch ist es möglich, den elektrostatischen Anteil des Signals zu eliminieren bzw. das Elektronenspinresonanz-Signal zu extrahieren.

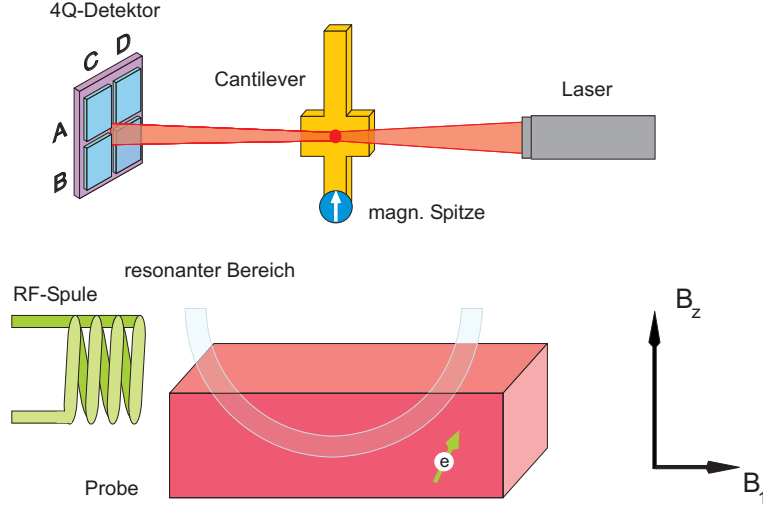
## 1.2 MRFM-Mikroskop und Funktionsweise

Bei der MRFM-Mikroskopie wird die magnetische Wechselwirkungskraft zwischen dem auf einen Cantilever geklebten Magneten und dem magnetischen Moment der sich in der Probe befindlichen Elektronen (Protonen, Kerne, Ionen usw.) gemessen. Durch die magnetische Wechselwirkungskraft  $F_{mag}$

$$F_{mag} \propto \vec{m}_c \cdot \vec{m}_e \quad (1.3)$$

zwischen den magnetischen Momenten der Elektronen  $\vec{m}_e$ , und dem magnetischen Moment der Cantileverspitze  $\vec{m}_c$  verschiebt sich die Resonanzfrequenz  $f_0$

des Cantilevers. Die Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$  des Cantilevers ist Gegenstand der Messung bei der MRFM-Mikroskopie. In Abbildung 1.1 sind die wichtigsten Komponenten des MRFM-Mikroskops schematisch dargestellt.



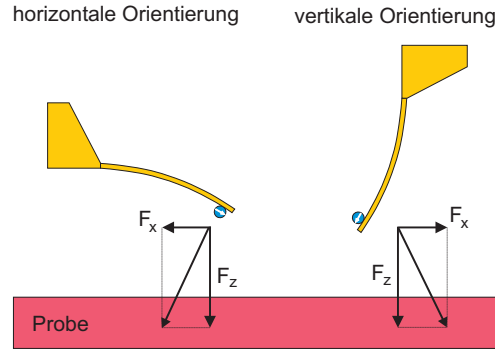
**Abbildung 1.1:** Darstellung des MRFM-Mikroskops.

Das MRFM-Mikroskop verfügt über einen Schrittmotor. Im Schrittmotor befindet sich ein Läuferzylinder, der mit dem Schrittmotor in  $z$ -Richtung bewegt werden kann. In den Läuferzylinder ist ein Piezoröhrchen integriert. Mit dem Schrittmotor kann der Abstand zwischen der Probe, die auf das Piezoröhrchen montiert ist, und der Cantileverspitze von einigen  $mm$  bis in den Mikrometerbereich variiert werden. Das Piezoröhrchen ist für die dreidimensionale Bewegung der Probe relativ zur Cantileverspitze vorgesehen. Mit dem Piezoröhrchen lässt sich der Abstand und die laterale Positionierung der Probe zur Cantileverspitze im Sub-Nanometerbereich variieren.

Damit das MRFM-Mikroskop auch bei hohen Magnetfeldern einsetzbar ist, wurde das Mikroskop aus nicht magnetischen Materialien hergestellt. Das Mikroskop ist unter UHV-Bedingungen und bei tiefen Temperaturen bis  $4.2\text{ K}$  einsetzbar. Eine genauere Beschreibung des MRFM-Mikroskops ist in [10, 11] zu finden.

Wie in Abbildung 1.1 zu sehen ist, ist der Cantilever senkrecht zur Probe montiert. In dieser Orientierung ist der Cantilever für die lateralen Kräfte sensitiver als für die vertikalen Kräfte (Abbildung 1.2). Der Vorteil dieser Orientierung besteht darin, dass der Cantilever der Probe im Sub-Nanometerbereich angenähert werden kann, auch wenn auf diesen eine Wechselwirkungskraft im Pikonewtonbereich  $pN$  wirkt. In waagerechter Orientierung würde der ultra-weiße Cantilever mit der Federkonstante  $k = 1.54 \times 10^{-4}\text{ N/m}$  durch diese Wechselwirkungskräfte  $F$  von der Probe angezogen und bliebe an der Probe haften, wenn

$$k < \frac{dF}{dz} \quad (1.4)$$



**Abbildung 1.2:** Waagerechte und senkrechte Orientierung des Cantilevers zur Probe. In waagerechter Orientierung wird der laterale Anteil der Kraft  $F_x$  und in senkrechter Orientierung der vertikale Anteil der Kraft  $F_z$  zwischen Probe und Cantileverspitze gemessen.

Dadurch würde ein Annähern des Cantilevers und der Probe im Nanometerbereich unmöglich.

Das Funktionsprinzip der MRFM-Mikroskopie ist sehr ähnlich zu dem der MFM-Mikroskopie. Bei der MFM-Mikroskopie wird mit einem Cantilever, auf dessen Spitze ein ferromagnetischer Stoff, wie z. B. Eisen, aufgedampft ist, die Oberfläche der Probe gescannt. Hierbei wird die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Streufeldern der Probe und der magnetischen Spitze des Cantilevers untersucht. Im Gegensatz zur MFM-Mikroskopie wird bei der MRFM-Mikroskopie auf das schwingende Ende des Cantilevers eine hartmagnetische Spitze geklebt. Aufgrund der sehr hohen magnetischen Anisotropie des Samarium-Kobalts  $SmCo_5$  fiel die Wahl auf dieses Material als magnetische Spitze. Anisotrope Materialien besitzen ein sehr hohes Koerzitivfeld  $H_c$ . Bei  $SmCo_5$  beträgt das Koerzitivfeld  $H_c(SmCo_5) \geq 1700 kA/m$  bei Raumtemperatur [12]. Deshalb werden in der MRFM-Mikroskopie magnetisch anisotrope Materialien als magnetische Spitze bevorzugt [6, 13]. Durch eine einen Mikrometer grosse magnetische Spitze kann ein sehr hoher magnetischer Feldgradient  $G = \partial \vec{B}_c / \partial z = 2 G/nm$  erzeugt werden.

Durch das homogene statische Magnetfeld  $\vec{B}_z$  werden die magnetischen Momente bzw. der Spin der Elektronen in der Probe polarisiert. Mit der hochfrequenten RF-Spule, die in unmittelbarer Nähe der Probe und des Cantilevers montiert ist, wird ein Magnetfeld  $B_1$  senkrecht zum statischen Magnetfeld  $B_z$  generiert. Die RF-Spule hat eine Resonanzfrequenz  $f_{RF} = \omega_{RF}/2\pi = 1.49 GHz$  und eine Güte  $Q_{RF} = 50$ . Die Grösse des statischen Magnetfeldes  $B_z$  wird so gewählt, dass die Larmor-Bedingung

$$\omega_{RF} = \gamma \cdot [B_z + B_c(r)] = \gamma \cdot B(r) \quad (1.5)$$

erfüllt ist.  $B_c(r)$  ist das inhomogene Magnetfeld der Cantileverspitze und  $\gamma = 1.76 \times 10^{11} Hz/T$  ist das gyromagnetische Verhältnis. Das Pulssignal der RF-Spule ist mit der Periode der Cantileveroszillation korreliert, sodass das Pulssignal bei jedem Zyklus immer dann startet, wenn die schwingende

Cantileverspitze sich in einer bestimmten Position befindet. Die Periode des Pulssignals beträgt ein Vielfaches der Cantileverperiode.

Durch Überlagerung des homogenen statischen Magnetfeldes  $B_z$  und des inhomogenen Magnetfeldes der Cantileverspitze  $B_c(r)$ , dessen Magnetisierungsrichtung parallel zum Polarisationsfeld  $B_z$  ausgerichtet ist, wird die Resonanzbedingung  $\omega_{RF} = \gamma \cdot B(r)$  nur in einem räumlich begrenzten Bereich (Resonanzbereich<sup>1</sup>) erfüllt. Je grösser der Feldgradient der magnetischen Spitze, desto kleiner ist der Resonanzbereich. Bei der Variation des Abstandes zwischen Probe und Cantileverspitze ist zu beachten, dass der Resonanzbereich in die Probe eindringen kann. Der Resonanzbereich wird in den nächsten Abschnitten genauer behandelt.

Bei der Messung der Auslenkung  $x(t)$  des Cantilevers wird in unserem MRFM-Mikroskop die Lichtzeigermethode verwendet. Bei dieser Methode wird ein Laserstrahl mit einer Optik auf den Cantilever fokussiert. Der vom Cantilever reflektierte Strahl wird mit einer Viersegmentdiode<sup>2</sup> detektiert. Aus den Spannungsdifferenzen der einzelnen Segmente kann die Position des Cantilevers bestimmt werden. Das 4Q-Detektorsignal wird anschliessend in einen FM-Detektor (Frequency Modulation) eingespeist. Mit dem FM-Detektor wird einerseits die Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$  des Cantilevers gemessen und andererseits wird der Cantilever mit der momentanen Resonanzfrequenz mit einem Piezoelement (Dickenschwinger), das in unmittelbarer Nähe des Cantilevers montiert ist, selbstoszillierend angeregt (Abbildung 1.3).

Der resonant angeregte Cantilever schwingt über die Probe und damit auch der Resonanzbereich. Sobald sich Elektronen im Resonanzbereich befinden, findet eine Wechselwirkung zwischen der magnetischen Spitze des Cantilevers und dem Spin der Elektronen statt. Diese Wechselwirkung führt zur Verschiebung der Resonanzfrequenz des Cantilevers, welche dem FM-Detektor gemessen wird.

Der Versuchsaufbau und das iOSCAR<sup>3</sup>-Protokoll, das für die Messung des Spins eines Elektrons entwickelt wurde, werden im nächsten Abschnitt näher beschrieben.

### 1.3 Versuchsaufbau und das iOSCAR-Protokoll

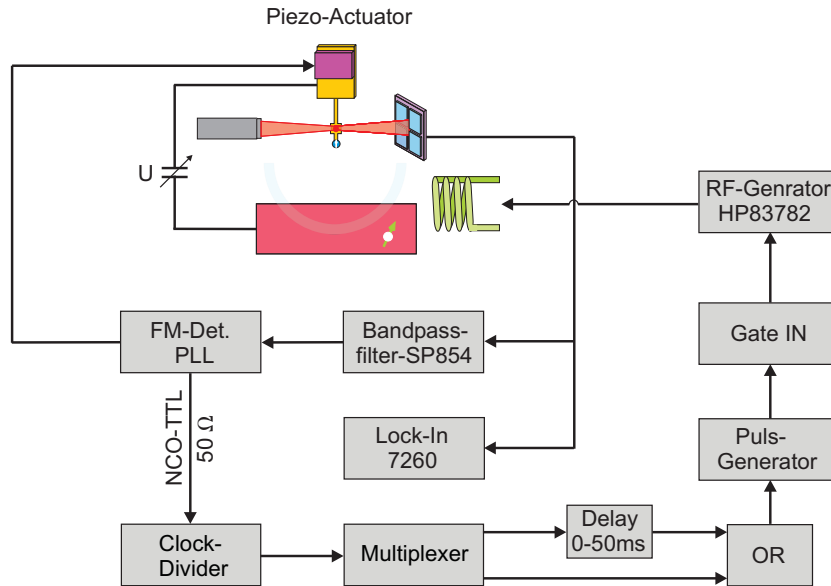
Wie bereits erwähnt, handelt es sich bei der MRFM-Mikroskopie um die Messung der Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment der Elektronen, die sich in der Probe befinden, und dem magnetischen Moment der auf den Cantilever geklebten magnetischen Spitze. In Abbildung 1.3 ist der Versuchsaufbau des MRFM-Systems für die Messung der magnetischen Wechselwirkung schematisch dargestellt.

Bei der Messung der Cantileverauslenkung wird der vom Cantilever reflektierte Strahl vom 4Q-Detektor detektiert. Das Spannungssignal des 4Q-Detektors wird mit einem Bandpassfilter gefiltert. Das gefilterte Signal wird in einen FM-Detektor eingespeist. Mit dem FM-Detektor wird die Frequenz-

<sup>1</sup>Resonant Slice

<sup>2</sup>oder Vierquadrantendetektor, wird im Folgenden als 4Q-Detektor bezeichnet.

<sup>3</sup>englisch: Interrupted Oscillating Cantilever-Driven Adiabatic Reversal



**Abbildung 1.3:** Messaufbau der MRFM-Mikroskopie. Das vom Cantilever reflektierte Signal wird mit einem 4Q-Detektor detektiert. Das detektierte Signal passiert einen Bandpass-Filter und wird in einen FM-Detektor eingespeist. Der FM-Detektor misst die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers und regt diesen selbstoszillierend mit der momentanen Resonanzfrequenz mit einem Dickenschwinger an. Parallel dazu wird das 4Q-Detektor Signal in einen Lock-In-Verstärker zur Messung der Amplitude des Cantilevers eingespeist. Der Clock-Divider, der Multiplexer, der RF-Generator und einige andere abgebildete Geräte, die für die Generierung des iOSCAR-Puls benutzt werden, werden an Hand ihrer Signalkurven in Abbildung 1.4 beschrieben.

verschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers bezüglich einer Referenzfrequenz<sup>4</sup> gemessen. Die Resonanzfrequenz  $f_0$  des Cantilevers wird mit einem Frequenzzähler gemessen und als Referenzfrequenz in das Steuerungsprogramm (TOPAS) des FM-Detektors eingegeben. Da das Cantilversignal im FM-Detektor vom NCO<sup>5</sup> synthetisiert wird, wird der Cantilever mit dem NCO-Signal durch einen Dickenschwinger, der sich in unmittelbare Nähe des Cantilevers befindet, selbstoszillierend angeregt.

Das Spannungssignal des 4Q-Detektors wird direkt in einen Lock-In-Verstärker für die Messung der momentanen Amplitude des Cantilevers eingespeist.

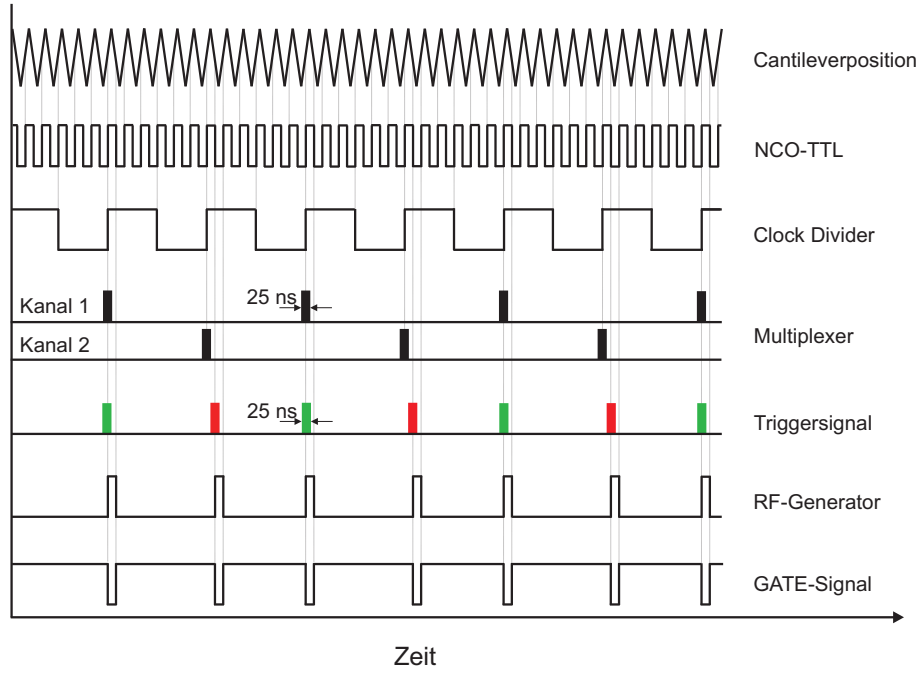
Für die Generierung des RF-Signals nach iOSRAR-Protokoll wird das NCO-TTL-Signal des FM-Detektors verwendet. Aus dem NCO-TTL-Signal wird mit einem „Clock-Divider“<sup>6</sup> die Subharmonische der Cantilverschwingung gebildet. Die Subharmonische wird in einen Multiplexer eingespeist. Der Multiplexer generiert zwei Signale, die auf jedem zweiten positiven Anstieg der Subharmonischen der Cantilverschwingung aus einem Peak der Breite 25 ns bestehen.

<sup>4</sup>Center Frequency

<sup>5</sup>Numerical Controlled Oscillator

<sup>6</sup>Frequenzteiler

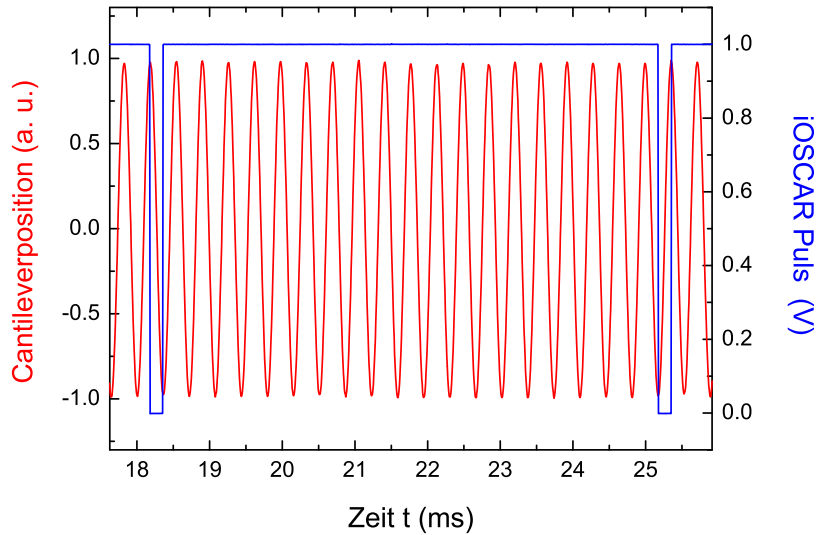




**Abbildung 1.4:** Zeitliche Darstellung des iOSCAR-Protokolls. Das Cantileversignal wird als Taktgeber für den RF-Puls benutzt. Der NCO des FM-Detektors wandelt das Cantilversignal in ein TTL-Signal um, das in einen Clock-Divider eingespeist wird. Der Clock-Divider bildet die Subharmonische der Cantileverschwingung. Die Subharmonische der Cantileverschwingung wird in einen Multiplexer eingespeist. Der Multiplexer generiert zwei Signale, die auf jeder zweiten positiven Flanke des TTL-Signals einen Peak der Breite der Breite 25 ns haben. Beide Signale sind gegeneinander um  $180^\circ$  phasenverschoben. Dies ist in der Abbildung durch die schwarzen Balken gekennzeichnet. Ein Signal des Multiplexers wird mit einem Delay-Generator gegenüber dem anderen Signal um die halbe Periode des Cantilevers verzögert. Mit einer logischen OR-Schaltung werden beide Signale wieder zusammen geführt. Die verzögerten Signalpeaks sind in der Abbildung durch die roten Balken gekennzeichnet. Dieses Signal wird als Triggersignal für den Pulsgenerator benutzt. Mit dem Pulsgenerator wird ein TTL-Signal mit einer Pulslänge  $T_c/2$  generiert, so dass jede zweite Plusfolge um eine halbe Periode des Cantilevers verzögert ist. Das Pulssignal wird anschliessend mit einem Gate-Generator invertiert und in einen RF-Generator eingespeist. Mit dem Gate-Generator kann die Phase des Signals verschoben werden. Der RF-Generator erzeugt das iOSCAR-Signal mit der Resonanzfrequenz  $\omega_{RF}$  der RF-Spule, das zyklisch um eine halbe Periode des Cantilevers unterbrochen wird und jede zweite Unterbrechung wird um eine halbe Periode des Cantilevers verzögert.

Darüberhinaus sind diese beiden Signale um  $180^\circ$  gegeneinander phasenverschoben. In Abbildung 1.4 sind diese Peaks durch schwarze Balken gekennzeichnet.

Mit einem Delay-Generator wird ein Signal des Multiplexers gegenüber dem anderen um eine halbe Periode  $T_c/2$  des Cantilevers verzögert. Der Delay-Generator kann stufenlos zwischen  $0 - 50\text{ ms}$  eingestellt werden. Das verzögerte und das nicht verzögerte Signal des Multiplexers werden in eine logische OR-Schaltung eingespeist und das Ausgangssignal der OR-Schaltung wird als Trigger-Signal für den Puls-Generator benutzt. Der Puls-Generator erzeugt ein TTL-Signal mit der Pulslänge  $T_c/2$ . Die Pulslänge des TTL-Signals kann mit dem Puls-Generator<sup>7</sup> variiert werden. Jede zweite Puls ist aufgrund der Verzögerung des Multiplexersignals um eine halbe Periode des Cantilevers verzögert. Das Pulssignal wird in einem Gate-Generator invertiert und anschließend in einen RF-Generator eingespeist. Mit dem Gate-Generator kann die Phase des Signals variiert werden. Mit dem RF-Generator wird ein Signal mit der Resonanzfrequenz der RF-Spule erzeugt, das zyklisch für die Dauer einer halben Periode  $T_c/2$  unterbrochen wird. Jede zweite Unterbrechung ist um  $T_c/2$  verzögert. Mit diesem Signal wird das Magnetfeld  $B_1$  der RF-Spule nach dem iOSCAR-Protokoll ein- und ausgeschaltet. Das iOSCAR Spinmanipulations-Protokoll ist in Abbildung 1.4 skizziert.



**Abbildung 1.5:** Das iOSCAR-Pulssignal wurde für einen RCL-Schwingkreis mit der Resonanzfrequenz  $2789\text{ Hz}$  generiert. Die iOSCAR-Pulslänge beträgt eine halbe Periode des RCL-Schwingkreises. Wie im Text beschrieben, ist der zweite Puls gegenüber dem ersten Puls um eine halbe Periode des Schwingkreises verzögert.

Das iOSCAR-Pulssignal wurde für einen RCL-Schwingkreis mit der Resonan-

<sup>7</sup>Stanford DS345

frequenz 2789 Hz generiert. Hierbei wurde der Versuchsaufbau in Abbildung 1.3 verwendet. In Abbildung 1.5 wird demonstriert, dass jeder zweite Puls um eine halbe Periode des RCL-Schwingkreises verzögert ist. Die Pulslänge des RF-Signals kann mit dem Puls-Generator variiert werden.

## 1.4 Detektion des Spins

Durch das homogene statische Magnetfeld  $B_z$  werden die Spins der Elektronen parallel bzw. antiparallel zum homogenen Magnetfeld  $B_z$  ausgerichtet. Das Magnetfeld  $B_1$  der RF-Spule wird mit dem vom iOSACAR-Protokoll generierten RF-Puls zyklisch ein- und ausgeschaltet. Durch die Überlagerung des homogenen Magnetfeldes  $B_z$  und des inhomogenen Magnetfeldes der Cantileverspitze reduziert sich der Wechselwirkungsbereich auf den Resonanzbereich. Das statische Magnetfeld wird so eingestellt, dass die Larmor-Bedingung (Gleichung 1.5) erfüllt ist. Der resonant angeregte Cantilever und damit auch der Resonanzbereich schwingen über die Probe. Das effektive Magnetfeld  $B_{eff}$  im mit der Resonanzfrequenz  $\omega_{RF}$  der Spule rotierenden Koordinatensystem lässt sich durch

$$B_{eff}(t) = B_1 \vec{e}_x + \left( B_z(t) - \frac{\omega_{RF}}{\gamma} \right) \vec{e}_z = B_1 \vec{e}_x + Gx_c(t) \vec{e}_z \quad (1.6)$$

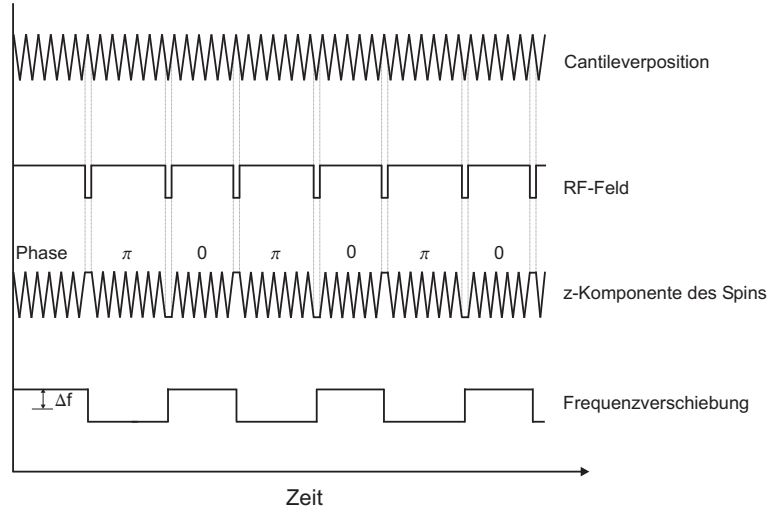
beschreiben [14]. Dabei ist  $x_c(t) = A \cos(\omega t)$  die Cantileverposition mit der Amplitude  $A$ ,  $G = \partial B_z / \partial x$  der Feldgradient der magnetischen Spitze,  $\vec{e}_x$  bzw.  $\vec{e}_z$  sind die Einheitsvektoren in  $x$ - bzw.  $z$ -Richtung des kartesischen Koordinatensystems. Bei jedem Nulldurchgang des Cantilevers  $x_c(t) = 0$  wird die Larmor-Bedingung erfüllt. Unter der Annahme  $GA \gg B_1$  oszilliert die  $z$ -Komponente der Magnetisierung der Probe synchron mit der Cantileverschwingung entlang des effektiven Magnetfeldes  $B_{eff}$ , wenn die zyklische adiabatische Inversionsbedingung erfüllt ist. Die zyklische adiabatische Inversionsbedingung setzt voraus, dass die Änderung des effektiven Magnetfeldes  $B_{eff}$  langsam sein muss, damit der Spin eines Elektrons dem effektiven Magnetfeld stets folgen kann [15, 16].

Wie in Abbildung 1.6 zu sehen ist, ist jede zweite Pulsfolge um eine halbe Periode des Cantilevers verzögert. Dadurch werden abwechselnd eine Phase  $0^\circ$  und  $180^\circ$  zwischen der Cantileverschwingung und der  $z$ -Komponente des Spins generiert. Je nach Polarisationsrichtung des Spins zum statischen Magnetfeld  $B_z$  wird durch die Cantileverschwingung die  $z$ -Komponente des Spins des Elektrons, das sich im Resonanzbereich befindet, von  $+z$  in  $-z$ -Richtung bzw.  $-z$  in  $+z$ -Richtung invertiert. Dadurch wirkt eine alternierende Kraft

$$F_z = \mp 2\mu_B \frac{\mu_0 M}{z} \left( \frac{a}{z} \right)^3 \quad (1.7)$$

auf den Cantilever, wodurch sich die Resonanzfrequenz des Cantilevers verschiebt. Dabei ist  $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ T}^2 \text{ m}^3 / \text{J}$  die Permeabilität und  $\mu_B = 9.2740154 \times 10^{-24} \text{ Am}^2$  das Bohr'sche Magneton. Unter der Annahme  $GA \gg B_1$  wird die Frequenzverschiebung theoretische durch

$$\Delta f = \pm \frac{2f_0 G \mu_B}{\pi k A} \quad (1.8)$$



**Abbildung 1.6:** Das iOSCAR-Pulssignal. Der resonant angeregte Cantilever schwingt über die Probe. Das Magnetfeld  $B_1$  der RF-Spule wird periodisch mit dem iOSCAR-Signal ein- und ausgeschaltet. Jeder zweite Puls ist um eine halbe Periode des Cantilevers verzögert. Dadurch wird eine Phase  $0^\circ$  bzw.  $180^\circ$  zwischen der Cantileverschwingung und der mit dem Cantilever synchron schwingenden z-Komponente des Spins generiert. Je nach Phase zwischen Cantileverschwingung und z-Komponente des Spins erfährt der Cantilever eine Wechselwirkungskraft und damit eine Frequenzverschiebung  $\Delta f$ , die mit dem FM-Detektor gemessen wird.

berechnet [17]. Für einen Cantilever mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = 2315 \text{ Hz}$  und einer Federkonstante  $k = 1.54 \times 10^{-4} \text{ N/m}$  für verschiedene Feldgradienten  $G = 0.5 \text{ G/nm} - 5.0 \text{ G/nm}$  wurde nach Gleichung (1.57) die Frequenzverschiebung in Abhängigkeit der Amplitude berechnet. Das Ergebnis ist in Abbildung 1.7 dargestellt.

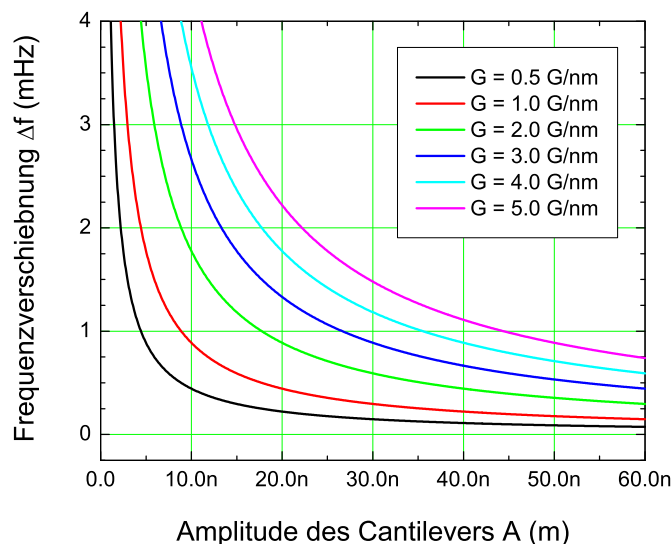
Für die Messung des Spinsignals mit dem iOSCAR-Protokoll ist ein Computerprogramm (Labview) entwickelt worden. Um die parasitären elektrostatischen Signalbeiträge zu eliminieren, wird mit dem Computerprogramm das Differenzsignal zwischen zwei aufeinander folgenden iOSCAR-Signalen gebildet.

## 1.5 Komponenten des MRFM-Systems

Abgesehen vom MRFM-Mikroskop, gehören zu den wichtigsten Komponenten des MRFM-Systems unter anderem das UHV-System und der Kryostat. Auf diese und einige andere wichtige Komponenten des MRFM-Systems wird in den nächsten Abschnitten näher eingegangen.

### 1.5.1 UHV-System

Das UHV-System (Ultra High Vacuum) besteht im Wesentlichen aus drei Kammern, nämlich der Präparationskammer, der mittleren Kammer und schliesslich



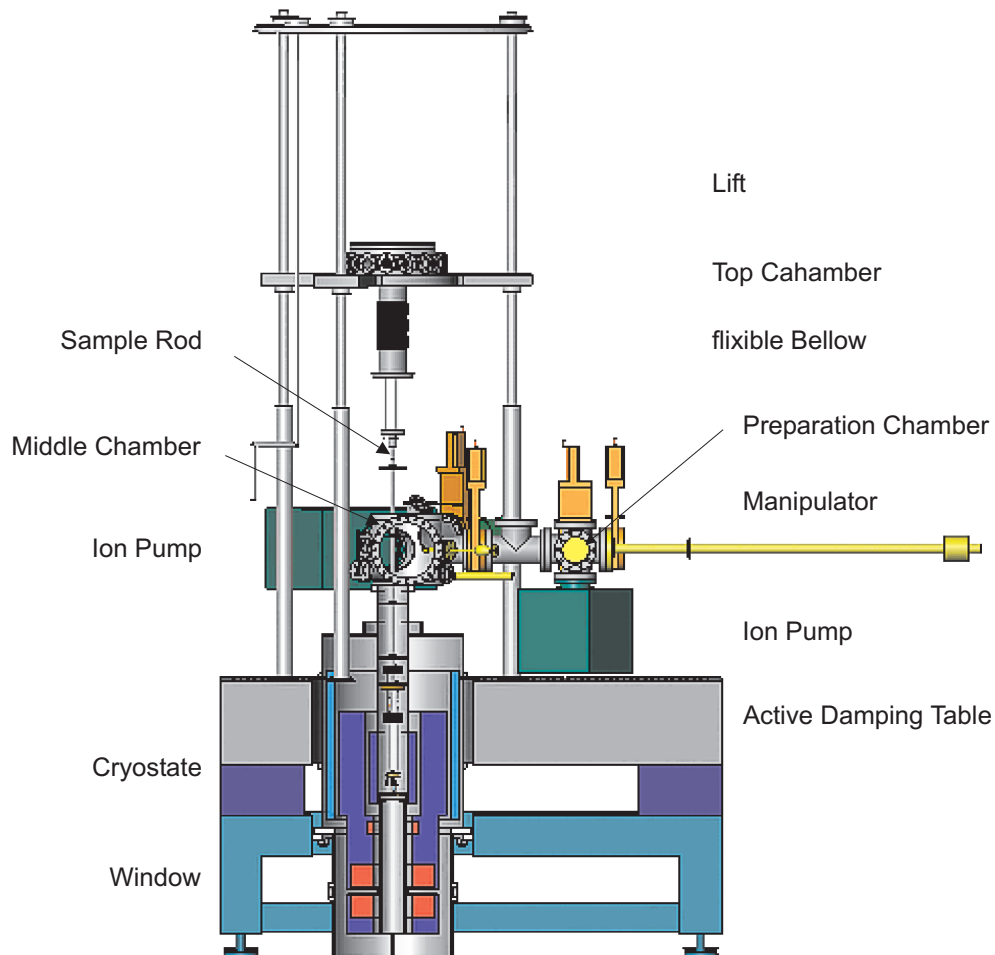
**Abbildung 1.7:** Frequenzverschiebung  $\Delta f$  in Abhängigkeit der Amplitude des Cantilevers. Die Kurve wurde nach der Gleichung (1.57) für einen Cantilever mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = 2315 \text{ Hz}$  und der Federkonstante  $k = 1.54 \times 10^{-4} \text{ N/m}$  für verschiedene Feldgradienten zwischen  $G = 0.5 \text{ G/nm}$  –  $5.0 \text{ G/nm}$  berechnet.

der Analysekammer. Das Schema des UHV-Systems ist in Abbildung 1.8 zu sehen.

Das MRF-Mikroskop ist auf einen Probenstab montiert und befindet sich, wie in Abbildung 1.8 dargestellt, im Kryostat. Mit dem flexiblen Balgensystem<sup>8</sup> kann das Mikroskop mit einem Aufzug aus dem Kryostat bzw. der Analysekammer, wo die Messung stattfindet, heraus in die mittlere Kammer hoch gezogen werden. In der mittleren Kammer können der Cantilever oder die Probe sowohl unter UHV-Bedingung als auch unter atmosphärischer Bedingung durch Öffnen des Balgensystems gewechselt werden. Die mittlere Kammer, das Balgensystem und die obere Kammer wurden von der Firma “Mewasa AG.,, speziell für unsere Anwendung hergestellt [18]. Die Präparationskammer, die in der Abbildung 1.8 auf der rechten Seite zu sehen ist, ist für die Oberflächenbehandlung der Cantilever und der Proben durch Tempern mit einer Heizkathode<sup>9</sup> unter UHV-Bedingung vorgesehen. Mit der Heizkathode können Temperaturen von mehr als  $1000^\circ\text{C}$  erzeugt werden. Hiermit möchte man Kontaminierungen der Oberfläche der Probe bzw. des Cantilevers entfernen bevor man sie in das Mikroskop einbaut. Abgesehen davon, können in der Präparationskammer auch Frequenz und Güte des Cantilevers bestimmt werden. Mit einem linearen und rotierbaren Manipulator können die behandelten Proben und Cantilever in die

<sup>8</sup>Flexible Bellow

<sup>9</sup>e-Beam Heater



**Abbildung 1.8:** Schematische Darstellung des UHV-Systems. Das MRFM-Mikroskop befindet sich im Kryostat, der auf die Temperatur des flüssigen Heliums  $4.2\text{ K}$  abgekühlt werden kann. Im Kryostat befindet sich ein supraleitender Magnet, mit dem Magnetfelder bis zu  $7\text{ T}$  erzeugt werden können. Mit dem flexiblen Balgensystem kann das Mikroskop aus dem Kryostat heraus in die mittlere Kammer befördert werden. In der mittleren Kammer wird je nach Bedarf der Cantilever oder die Probe gewechselt. Die Präparationskammer ist für das Tempern von Cantilever und Probe vorgesehen, bevor sie mit einem linearen und rotierbaren Manipulator in die mittlere Kammer eingeschleust werden. Abgesehen davon kann in der Präparationskammer die Güte des Cantilevers bestimmt werden. Um die Oberflächenverunreinigung der Probe und des Cantilevers zu entfernen, könne diese in der Präparationskammer unter UHV-Bedingungen auf über  $1000^\circ\text{C}$  erhitzt werden. Um die mechanischen Störungen zu reduzieren wurde das UHV-System auf einem schwingungsgedämpften Tisch montiert.

Analysekammer eingeschleust werden. Die eingeschleusten Proben bzw. Cantilever können entweder direkt ins MRFM-Mikroskop eingebaut oder in einem für sie vorgesehenen Karussell aufbewahrt werden. Um die unerwünschten mechanischen Störungen des UHV-Systems zu reduzieren, ist das UHV-System auf einem schwingungsdämpften Tisch montiert.

Für die Erzeugung des Ultrahochvakuums (UHV) werden Vorvakuum-, Turbo- und Ionenpumpen eingesetzt. Die Präparationakammer und die mittlere Kammer sind über ein Ventil miteinander verbunden. Für beide Kammern steht jeweils ein Pumpensystem zur Verfügung. Damit ist gewährleistet, dass in beiden Kammern unabhängig von einander je nach Bedarf bei unterschiedlichen Drücke gearbeitet werden kann.

### 1.5.2 Kryostat

Eine weitere wichtige Komponente des UHV-Systems ist der Kryostat. Im Kryostat kann das MRFM-Mikroskop auf  $4.2\text{ K}$  abgekühlt werden. Der Kryostat verfügt über einen VTI<sup>10</sup>-Regler, mit dem die Temperatur des MRFM-Mikroskops je nach Bedarf variiert werden kann. Im Kryostat befindet sich ein bipolarer, supraleitender Magnet aus Solenoid, mit dem ein Magnetfeld bis zu  $7\text{ T}$  mit einer Homogenität von  $\pm 0.1\%$  pro  $\text{cm}^3$  erzeugt werden kann [19].

### 1.5.3 FM-Detektor

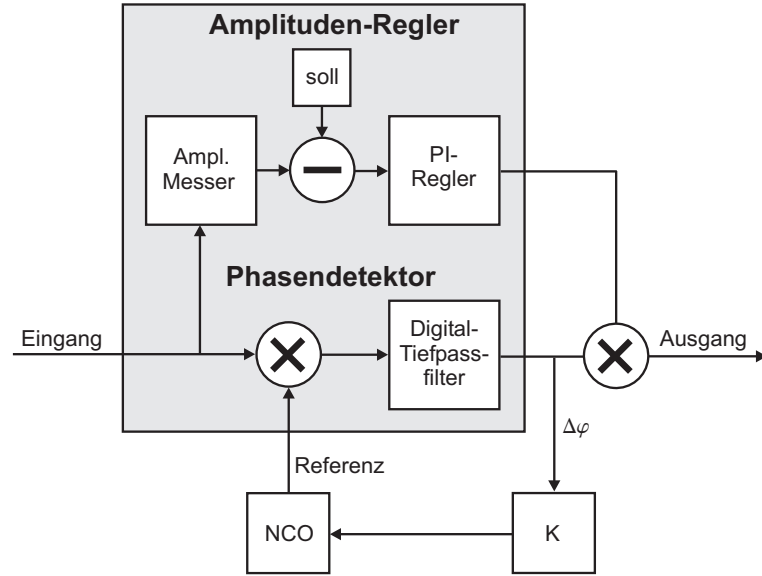
Die Frequenzmodulation (FM) gilt in der Telekommunikation als eine bewährte und zuverlässige Methode der Übertragungstechnik. Bei den üblichen FM-Detektoren wird aus Nulldurchgängen des Signals dessen Frequenz ein Mal pro Schwingung gemessen. Der von uns verwendete FM-Detektor nach dem Prinzip des PLL (Phase Locked Loop) verfügt über einen Phasendetektor mit dem aus dem Vergleich der Phasen zweier Signale die Frequenz kontinuierlich gemessen werden kann. Das Schema des FM-Detektors ist in Abbildung 1.9 dargestellt.

Der NCO<sup>11</sup> wird durch Rückkopplung mit der momentanen Schwingung des Cantilevers über den Rückkopplungsverstärker K kontinuierlich synchronisiert. Mit dem Ausgangssignal des NCO wird der Cantilever resonant angeregt. Durch die Einstellung der Phase kann die Anregung des Cantilevers optimiert werden. Der FM-Detektor misst die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers bezüglich einer Referenzfrequenz. Durch Einstellen des Digitalfilters kann die Auflösung des FM-Detektors reguliert werden. Für langsame und hochauflösende Messungen liegt die Auflösungsgrenze des digitalen FM-Detektors bei etwa  $10\text{ }\mu\text{Hz}$  [20].

Der FM-Detektor verfügt über einen Amplituden-Regler. Der Amplituden-Regler misst die Amplitude des Cantilevers und vergleicht diese mit einem Sollwert und regelt sie mit dem PI-Regler (Proportional-Integral-Regler) auf einem konstanten Wert. Mit dem Amplituden-Regler kann die Amplitude des Cantilevers im Nanometerbereich geregelt werden.

<sup>10</sup>englisch: Variable Temperature Insert

<sup>11</sup>englisch: Numerical Controlled Oscillator



**Abbildung 1.9:** Schematische Darstellung des digitalen Phase-Locked Loop (PLL) und des Amplituden-Reglers.

## 1.6 Probe

Als Probe wurde bestrahltes Quartz (Suprasil) benutzt. Als Strahlungsquelle wurde die  $\gamma$ -Strahlen der  $^{60}\text{Co}$ -Quelle benutzt. Durch die  $\gamma$ -Strahlen werden in der Quartz-Probe Defektstellen, die sogenannten „E'-Zentren“, generiert. In den E'-Zentren befindet sich jeweils ein ungepaartes Elektron. Die Konzentration der ungepaarten Elektronen hängt von der Bestrahlungsdosis ab. Bei dieser Probe beträgt die Bestrahlungsdosis  $300 \text{ kGy}$ . Dies entspricht einer Elektronenkonzentration von etwa  $10^{17} - 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ . Dadurch ergibt sich ein mittlerer Abstand von  $10.5 - 21.5 \text{ nm}$  zwischen zwei benachbarten ungepaarten Elektronen. An dieser Probe wurde die ESR-Messung durchgeführt. Die Bandbreite des ESR-Signals beträgt etwa  $5 \text{ G}$  [21].

In der MRFM-Mikroskopie wird bestrahltes Quartz als Probe bevorzugt. Der Grund hierfür liegt in der langen Relaxationszeit des Spins. Im rotierenden Koordinatensystem beträgt die Spinrelaxationszeit  $\tau = 760 \text{ ms}$  [6]. Ein Cantilever mit einer Resonanzfrequenz  $f_0 = 2300 \text{ Hz}$  führt während dieser Zeit etwa 1700 Oszillationen durch. D.h. es ist genug Zeit vorhanden, die Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment der Cantileverspitze und dem Spin der Elektronen in der Probe zu messen.

Um die störende Oberflächenladungen abführen zu können, wurde auf der bestrahlten Quartz-Probe  $5 \text{ nm}$  Gold aufgedampft. Die Quartz-Probe wurde auf ein Kupferplättchen geklebt, um einen guten thermischen Kontakt zu gewährleisten. Die auf die Probe aufgedampfte  $5 \text{ nm}$ -Goldschicht wurde elektrisch kontaktiert.



## 1.7 Cantilever

Eine mikrofabrizierte Blattfeder (Cantilever) wird als Kraftsensor in der MRF-Mikroskopie benutzt. Ein Cantilever ist ein einseitig eingespannter Federbalken aus dotiertem Silizium. Die Massen der im Rahmen dieser Arbeit benutzten IBM-Cantilevers sind in der Tabelle 1.1 zusammengestellt.

Substrat	$l$ ( $\mu m$ )	$w$ ( $\mu m$ )	$t$ ( $\mu m$ )	$k$ (N/m)	$f_0$ (kHz) ( $T = 300$ K)	$f_0$ (kHz) ( $T = 6$ K)
Silizium	454.0	4.0	0.44	$1.54 \times 10^{-4}$	2.255	2.315

**Tabelle 1.1:** Länge  $l$ , Breite  $w$ , Dicke  $t$ , Federkonstante  $k$  und Resonanzfrequenz  $f_0$  des ultraweichen IBM-Cantilevers bei verschiedenen Temperaturen ( $T = 300$  K und  $T = 6$  K).

Die vom Hersteller angegebene Länge und Breite des Cantilevers stimmen im Gegensatz zur Dicke  $t$  des Cantilevers sehr genau. Die Cantileverdicke lässt sich aus der gemessenen Resonanzfrequenz  $f_0$  durch die Formel

$$t = \frac{2\pi\sqrt{12}}{(1.875104)^2} \sqrt{\frac{\rho}{E}} f_0 l^2 \quad (1.9)$$

berechnen. Dabei ist  $\rho_{Si} = 2.3 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$  die Dichte und  $E = 1.69 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$  das Elastizitätsmodul von Silizium. Darüberhinaus lässt sich aus der Länge, Breite und der Dicke (Tabelle 1.1) die Federkonstante des Cantilevers bestimmen.

$$k = \frac{Et^3w}{4l^3} \quad (1.10)$$

## 1.8 Frequenzverschiebung des Cantilevers

Die Dynamik des Cantilevers bei einer äusseren Anregung mit der Amplitude  $F_0$  und der Frequenz  $\omega_d$  wird durch die Bewegungsgleichung des gezwungenen harmonischen Oszillators

$$m_{eff} \ddot{x}(t) + \Gamma \dot{x}(t) + k x(t) = F_0 \cos(\omega_d t) \quad (1.11)$$

beschrieben. Wobei  $m_{eff} = m_S + \frac{1}{4}\rho l w t$  [22],  $m_S$  die Masse der magnetischen Spitze,  $\Gamma = \frac{k}{\omega_0 Q}$  der Reibungskoeffizient,  $Q$  die Güte und  $k$  die Federkonstante des Cantilevers ist. Die Oszillation des Cantilevers nach dem Einstellen des Gleichgewichtszustands wird durch die Gleichung

$$x(t) = A \cos(\omega_d t + \theta) \quad (1.12)$$

beschrieben [23]. Die Amplitude  $A$  und die Phase  $\theta$  sind gegeben durch

$$A = \frac{F_0/m_{eff}}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega_d^2)^2 + (\omega_0 \omega_d / Q)^2}} \quad (1.13)$$

und

$$\theta = \arctan \left( \frac{\omega_0 \omega_d}{Q(\omega_0^2 - \omega_d^2)} \right) . \quad (1.14)$$

Die Resonanzfrequenz des Cantilevers  $\omega_0 = 2\pi f_0$  ist ausschliesslich von der effektiven Masse  $m_{eff}$  und von der Federkonstante  $k$  des Cantilevers abhängig.

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m_{eff}}} \quad (1.15)$$

Durch Einwirken einer Kraft  $F(x)$  verschiebt sich die Resonanzfrequenz  $\omega_0$  des Cantilevers. Die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers wird durch

$$\Delta f = \frac{f_0}{2\pi k A} \int_0^{2\pi} F(A \cos(\omega_d t + \theta)) d\varphi \quad (1.16)$$

beschrieben [24].

## 1.9 Resonanzbereich

Eines der Hauptziele der MRFM-Mikroskopie ist die Detektion eines einzelnen Spins eines Elektrons. Durch Überlagerung des homogenen statischen Magnetfeldes  $B_z$  und des Magnetfeldes  $B_c$  der magnetischen Spitze des Cantilevers bildet sich der Resonanzbereich. Die Larmor-Bedingung ist allerdings nur für Elektronen erfüllt, die sich im Resonanzbereich befinden. Für die Detektion des Spins muss sich im Idealfall nur ein Elektron im Resonanzbereich befinden. Im Folgenden wird nun versucht, den Resonanzbereich quantitativ zu bestimmen.

Das B-Feld der magnetischen Spitze des Cantilevers kann näherungsweise durch das Feld eines magnetischen Dipols [25]

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3(\vec{m} \cdot \vec{r})\vec{r} - r^2\vec{m}}{r^5} \quad (1.17)$$

beschrieben werden. Da wir an dem Magnetfeld  $\vec{B}(\vec{r})$  ausserhalb der Spitze interessiert sind, ist es sinnvoll  $r \geq a$  anzunehmen. Mit der Ortskoordinate  $\vec{r} = (x, y, z)$  und dem magnetischen Moment  $\vec{m} = (0, 0, m)$  im kartesischen Koordinatensystem lässt sich die Gleichung (1.17) wie folgt vereinfachen.

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{m}{r^5} \begin{pmatrix} 3zx \\ 3zy \\ x^2 + y^2 - 2z^2 \end{pmatrix} \quad (1.18)$$

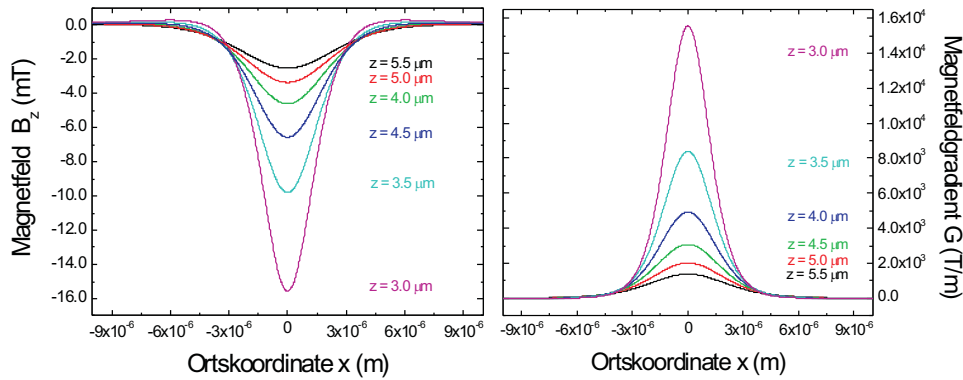
Mit der Magnetisierung  $M = \frac{m}{\frac{4}{3}\pi a^3}$  lässt sich die  $z$ -Komponente des Magnetfeldes  $B_z$  aus der Gleichung (1.18), die im wesentlichen zum Resonanzbereich beiträgt, durch

$$B_z(r) = \frac{\mu_0 a^3 M}{3} \left( \frac{r^2 - 3z^2}{r^5} \right) \quad (1.19)$$

beschreiben. Nun kann man aus der Gleichung (1.19) den magnetischen Feldgradienten  $G = \partial B_z / \partial z$  berechnen.

$$G(r) = -\mu_0 a^3 M \left( \frac{z(3r^2 - 5z^2)}{r^7} \right) \quad (1.20)$$

Mit Hilfe der Gleichungen (1.19) und (1.20) wurde der Resonanzbereich quantitativ berechnet. Das Ergebnis ist in Abbildung 1.10 grafisch dargestellt.



**Abbildung 1.10:** Die  $z$ -Komponente des Magnetfeldes  $B_z$  (linkes Bild) bzw. des Feldgradienten  $G$  (rechtes Bild) in Abhängigkeit der Ortskoordinate  $x$  für verschiedene Abstände in  $z$ -Richtung.

Für die quantitative Bestimmung der magnetischen Kraft  $\vec{F}^{mag}$  wird die Annahme, dass das Magnetfeld der Cantileverspitze näherungsweise durch das Feld eines magnetischen Dipols beschrieben werden kann (Gleichung 1.17), weiterhin aufrecht erhalten. Unter dieser Annahme kann die magnetische Kraft  $\vec{F}^{mag}$  durch die Gleichung

$$\vec{F}^{mag}(\vec{r}) = \int [\vec{m} \cdot \vec{\nabla}] \vec{B}(\vec{r}) dV \quad (1.21)$$

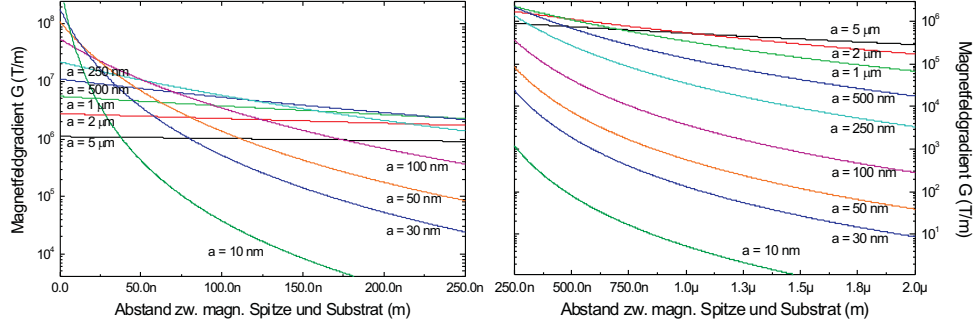
angegeben werden. Mit dem magnetischen Moment  $\vec{m} = (0, 0, m)$  kann aus dem Integral in Gleichung (1.21) die  $z$ -Komponente der Kraft  $F_z^{mag}$  analytisch berechnet werden.

$$F_z^{mag}(r) = -\frac{1}{2} \mu_0 m^2 \frac{r^2 - z^2}{r^3} \quad (1.22)$$

Betrachtet man die Abhängigkeit des Feldgradienten  $G(r)$  nur in  $z$ -Richtung, so kann die Gleichung (1.20) auf die folgende Form gebracht werden.

$$G = 2\mu_0 M \frac{a^3}{(a+d)^4} = \frac{3\mu_0}{2\pi} \frac{m}{(a+d)^4} \quad (1.23)$$

Dabei wurde  $z = a + d$  gesetzt, wobei  $d$  der Abstand zwischen Cantilever und Probe ist. Diese Gleichung wird auch in [22] hergeleitet. Für die Samarium-Cobalt-Spitze wurde  $\mu_0 M = 2.76 \text{ T}$  gesetzt [5] und der magnetische Feldgradient  $G$  in Abhängigkeit der Eindringtiefe  $d$  für kugelförmige magnetische Spitzen



**Abbildung 1.11:** Magnetfeldgradient  $G$  in Abhängigkeit der Eindringtiefe  $d$  für magnetische Spitzen mit unterschiedlichen Radien. In dieser Abbildung ist deutlich erkennbar, dass der magnetische Feldgradient  $G$  bei  $d < 50 \text{ nm}$  für kleinere magnetische Spitzen ( $a = 10 \text{ nm}$ ) gegenüber der grösseren  $a = 5 \mu\text{m}$  um etwas mehr als zwei Größenordnungen im  $G \geq 10^8 \text{ T/m}$ -Bereich liegt.

mit unterschiedlichen Radien zwischen  $5 \mu\text{m} \leq a \leq 10 \text{ nm}$  berechnet. Das Ergebnis ist in Abbildung 1.11 dargestellt.

Die Breite des Resonanzbereichs lässt sich nun näherungsweise mit Hilfe des Feldgradienten der magnetischen Spitze berechnen [26].

$$z_{RS} = \frac{\Delta f_0}{\gamma |\nabla_z B|} \quad (1.24)$$

Bei einer magnetischen Spitze mit dem Radius  $a = 3 \mu\text{m}$  und der Eindringtiefe  $d = a/3 = 1 \mu\text{m}$ , bei der der Feldgradient  $G$  maximal wird [22], wirkt auf ein Elektron der Feldgradient  $G = 5.82 \times 10^5 \text{ T/m} = 0.58 \text{ G/\AA}$  und entspricht einer Kraft

$$F_e = \frac{1}{2} \hbar \gamma_e G = 5.39 \times 10^{-18} \text{ N} . \quad (1.25)$$

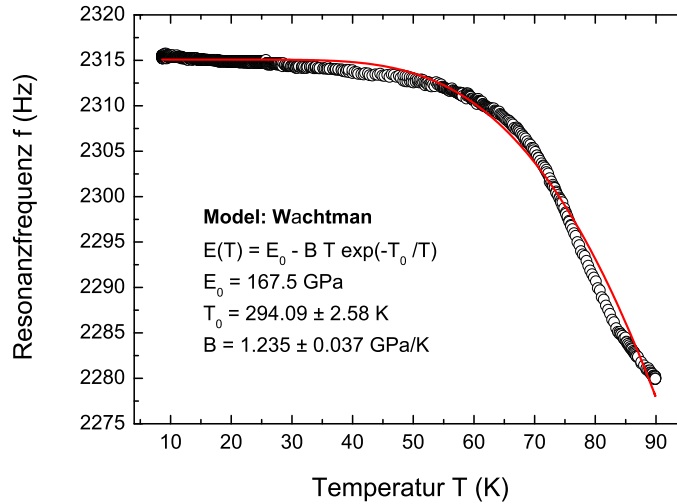
mit dem g-Faktor  $g = 2.0023$  und dem gyromagnetischen Verhältnis  $\gamma_e = \frac{ge}{2m_e} = 1.76 \times 10^{11} \text{ C/kg}$  für ein freies Elektron mit der Elementarladung  $e = 1.602 \times 10^{-19} \text{ C}$  und der Masse  $m_e = 9.109 \times 10^{-31} \text{ kg}$  des Elektrons.

Dies bedeutet, dass in diesem Fall für die Detektion eines einzelnen Elektronenspins, die mit einem Cantilever minimal detektierbare Kraft  $F_{\min} \leq F_e$  sein muss. Für einen Cantilever mit einer magnetischen Spitze des Radius  $a = 150 \text{ nm}$  und einem Abstand  $z = 200 \text{ nm}$  zwischen Probe und Cantilever erhält man  $G = 2.33 \times 10^7 \text{ T/m} = 23.26 \text{ G/\AA}$  und  $F_e = 2.18 \times 10^{-16} \text{ N}$ . Die Kraft  $F_e$  auf ein Elektron ist in diesem Fall um zwei Größenordnungen grösser als mit einer magnetischen Spitze des Radius  $a \approx 3 \mu\text{m}$ .

## 1.10 Temperaturabhängigkeit des Cantilevers

In diesem Abschnitt wird die Temperaturabhängigkeit der Resonanzfrequenz  $f_0$  des Cantilevers in Abhängigkeit von der Temperatur untersucht. Hierfür wurde die Resonanzfrequenz des Cantilevers im Temperaturbereich zwischen  $90 \text{ K}$  bis

6 K mit einem Frequenzzähler aufgenommen. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 1.12 zusehen.



**Abbildung 1.12:** Temperaturabhängigkeit der Resonanzfrequenz des Cantilevers. Die Resonanzfrequenz eines selbstoszillierend angeregten Cantilevers wurde im Temperaturbereich zwischen 90 K und 6 K mit einem Frequenzzähler aufgenommen. Die Daten wurden mit der Gleichung (1.26) und der von Wachtman et al. vorgeschlagenen empirischen Formel für einen temperaturabhängigen Elastizitätsmodul  $E(T)$  nach Gleichung (1.27) gefittet [27].

Die Resonanzfrequenz  $f_0$  der ersten Schwingungsmode eines rechteckigen Cantilevers ist durch

$$f_0 = \frac{(1.875104)^2}{2\pi\sqrt{12}} \frac{t}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (1.26)$$

gegeben [28]. Dabei ist  $\rho = 2.33 \text{ kg/m}^3$  die Dichte und  $E$  der Elastizitätsmodul von Silizium. Wachtman et al. [27] beschreibt die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmoduls  $E(T)$  durch die empirische Formel

$$E(T) = E_0 - B T \exp(-T_0/T) . \quad (1.27)$$

Dabei ist  $E_0$  der Elastizitätsmodul bei  $T = 0 \text{ K}$  und  $B$  ist eine temperaturunabhängige Variable. Aus den Fitparametern wurde die Debye-Temperatur für Silizium  $\theta_D = 588 \text{ K}$  ermittelt. In der Literatur wird die Debye-Temperatur für Silizium mit  $\theta_D = 645 \text{ K}$  angegeben [9]. Unser Ergebnis weicht etwa 10% vom Literaturwert ab. Diese Abweichung ist vermutlich auf die magnetische Spitze des Cantilevers zurückzuführen. Die magnetische Spitze führt zu einer Inhomogenität in der Massenverteilung des schwingenden Cantilevers. Die Masse der magnetischen Spitze beträgt  $m_{SmCo} \approx 0.5 \text{ ng}$  und bildet etwa 20% der Masse des Cantilevers  $m_C \approx 1.86 \text{ ng}$ .

### 1.11 Reibung und dissipative Prozesse

Die Bewegung des Cantilevers wird mit dem einfachen Modell der gedämpften harmonischen Oszillation des Feder-Pendels beschrieben. Die Bewegungsgleichung des Cantilevers  $x(t) = A \cos(\omega t)$  mit der Anregungskraft  $F_{ext}(t) = k A_{ext} \cos(\omega t)$  und einer konservativen Kraft  $F_x(t) = F_x \cos(\omega t)$  lautet:

$$\frac{k}{\omega_0^2} \ddot{x}(t) + \frac{k}{\omega_0 Q} \dot{x}(t) + kx(t) = F_{ext}(t) + F_x(t) \quad (1.28)$$

mit der effektiven Masse  $m_{eff} = \frac{k}{\omega_0^2}$  und dem Reibungskoeffizienten  $\Gamma_0 = \frac{k}{\omega_0 Q}$ . Für die Amplitude  $A_{ext}$  und die Phase  $\varphi$  erhält man

$$A_{ext}(\omega) = A \sqrt{\left(\frac{\omega}{\omega_0 Q}\right)^2 + \left(\frac{\omega^2 - \omega_0^2}{\omega \omega_0} + \frac{F_x}{kA}\right)^2} \quad (1.29)$$

$$\varphi(\omega) = \arctan\left(\left(\frac{\omega^2 - \omega_0^2}{\omega \omega_0}\right) - \left(\frac{F_x \omega_0 Q}{\omega k A}\right)\right) \quad (1.30)$$

Unter den dissipativen Prozessen werden Dämpfungsvorgänge eingeordnet, bei denen der oszillierende Cantilever Energie verliert. Die Dissipation lässt sich in zwei Klassen einteilen:

- Bei der intrinsischen Dissipation handelt es sich um die spezifische Dämpfung des Cantilevers, die im wesentlichen von der Güte  $Q$  des Cantilevers abhängt.

$$\Gamma_0 = \frac{k}{\omega_0 Q} \quad (1.31)$$

- Bei der Wechselwirkungsdissipation handelt es sich um Verlustmechanismen, die durch die Wechselwirkung der Cantileverspitze mit der Probe zustande kommen. Die Wechselwirkungsdissipation bzw. die Dämpfung  $\Gamma_1(z)$  hängt vom Abstand  $z$  zwischen der Cantileverspitze und der Probe ab.

$$\Gamma(z) = \Gamma_0 + \Gamma_1(z) \quad (1.32)$$

Die Ursachen für die Verschiebung der Resonanzfrequenz des Cantilevers sind Kräfte, die durch Annäherung des Cantilevers an die Oberfläche der zu untersuchenden Probe vermehrt auftreten. Diese Kräfte werden in der AFM-Mikroskopie grob in zwei Klassen aufgeteilt, nämlich die kurzreichweitigen ( $d \leq 1 \text{ nm}$ ) und die langreichweitigen ( $1 \text{ nm} \leq d \leq 100 \text{ nm}$ ) Kräfte. Da in der MRFM-Mikroskopie der Abstand zwischen Probe und Cantilever im langreichweitigen Bereich und jenseits dieses Bereichs gewählt wird, werden in den folgenden Abschnitten ausschliesslich die langreichweitigen Kräfte untersucht. Für die Untersuchung dieser Kräfte spielt die Geometrie der magnetischen Spitze des Cantilevers und die Beschaffenheit der Probenoberfläche eine entscheidende Rolle. Wir nehmen an, dass die magnetische Spitze des Cantilevers die Form einer Kugel mit dem Radius  $a$  hat. Abgesehen davon soll die Beschaffenheit der Probenoberfläche bezogen auf die Dimension der magnetischen Spitze als relativ flach angenommen werden.

### 1.11.1 Elektrostatische Kräfte

Die elektrostatischen Kräfte resultieren aus der Wechselwirkung zwischen den Ladungen auf der Cantileverspitze und der Probe. Die Feldstärken dieser Kräfte gehorchen dem Coulomb-Gesetz. Die elektrostatischen Kräfte zwischen der Cantileverspitze und der Probe lassen sich näherungsweise durch das Modell der distanzabhängigen Kapazität  $C$  beschreiben. Hierbei wird die elektrostatische Wechselwirkungskraft  $F_{el}$  zwischen einer unendlich grossen Ebene und einer Kugel betrachtet.

$$F_{el} = \frac{\partial C}{\partial z} (U - U_{cpd})^2 \quad (1.33)$$

Hierbei ist  $U$  die angelegte Spannung zwischen der Cantileverspitze und der Probe und  $U_{cpd}$  ist das Kontaktpotenzial, das aus den unterschiedlichen Austrittsarbeiten der Cantileverspitze und der Probe herrührt. Der kapazitive Faktor  $\frac{\partial C}{\partial z}$  hängt von der Geometrie der Cantileverspitze ab. Jean und Hudlet et al. berechnen die Kapazität  $C$  eines Systems, bestehend aus einer Kugel und einer flachen Oberfläche mit der Methode der Spiegelladung [29, 30].

$$C(z) = 2\pi\epsilon_0 a \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta}{\theta \left( \frac{z}{a} + 1 - \cos \theta \right)} d\theta \quad (1.34)$$

$$\cong 2\pi\epsilon_0 a \ln \left( 1 + \frac{a}{z} \right) \quad (1.35)$$

Dabei ist  $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} C^2 / Nm^2$  die Dielektrizitätskonstante und  $z$  ist der Abstand zwischen der flachen Ebene und der Kugel mit dem Radius  $a$ . Nun lässt sich die elektrostatische Kraft mit Hilfe der Gleichung (1.35) näherungsweise berechnen.

$$F_{el} = \pi\epsilon_0 \left[ \frac{a^2}{z(z+a)} \right] (U - U_{cpd})^2 \quad (1.36)$$

Für eine Cantileverspitze mit einem Radius  $a = 3 \mu m$  im Abstand  $z = 500 nm$  von der Probe und  $U - U_{cpd} = 1 V$  beträgt die elektrostatische Kraft  $F_{el} = 14.3 \times 10^{-9} N$ .

Für den dominanten Anteil der elektrostatischen Kraft unter der Annahme einer kugelförmigen Spitze für kleine Abstände  $z \ll a$  erhält man

$$F_{el} = \pi\epsilon_0 \frac{a}{z} (U - U_{cpd})^2. \quad (1.37)$$

Für eine Cantileverspitze mit einem Radius  $a = 3 \mu m$  im Abstand  $z = 0.5 nm$  von der Probe und  $U - U_{cpd} = 1 V$  beträgt die elektrostatische Kraft  $F_{el} = 1.7 \times 10^{-7} N$ . Nun lässt sich ebenfalls mit der Annahme, dass die Schwingungsamplitude viel grösser ist, als der Abstand zwischen Cantilever und Substrat  $A \gg z$ , die Frequenzverschiebung  $\Delta f_{el}$  aus den Gleichungen (1.15) und (1.16) bestimmen.

$$\frac{\Delta f_{el}}{f_0} = -\frac{1}{kA} \left( \frac{\pi\epsilon_0 a (U - U_{cpd})^2}{\sqrt{2zA}} \right) \quad (1.38)$$

Für grosse Abstände  $A \ll z$  erhält man folgenden Ausdruck für die elektrostatische Kraft  $F_{el}$  [30].

$$F_{el} = \pi\epsilon_0 \left( \frac{a}{z} \right)^2 (U - U_{cpd})^2 \quad (1.39)$$

Mit der von Jean und Hudlet et al. vorgeschlagenen Methode der Spiegelladung [29, 30] lässt sich die Frequenzverschiebung berechnen.

$$\frac{\Delta f_{el}}{f_0} = -\frac{\epsilon_0 \pi}{akA^2} \left( \frac{z^2}{z^2 - \frac{1}{2}A^2} - \frac{(z+a)^2}{(z+a)^2 - \frac{1}{2}A^2} \right) (U - U_{cpd})^2 \quad (1.40)$$

Für eine Cantileverspitze mit einem Radius  $a = 3 \mu m$  im Abstand  $z = 500 nm$  von der Probe und  $U - U_{cpd} = 1 V$  erhält man mit der Gleichung (1.39) für die elektrostatische Kraft  $F_{el} = 14.3 \times 10^{-9} N$ . Dieser Wert ist 20-fach grösser, als die äquivalente Berechnung mit der Gleichung (1.36)

In den Gleichungen (1.36), (1.37) und (1.39) ist zu sehen, dass die elektrostatische Kraft  $F_{el}$ , die auf den Cantilever wirkt, quadratisch von der angelegten Spannung  $U$  zwischen Cantilever und Probe abhängt. Für die Messung der lokalen Kräfte führen die langreichweitigen elektrostatischen Kräfte zu zusätzlicher Dissipation, wodurch die Güte und die Sensitivität des Cantilevers beeinträchtigt wird. Deshalb ist zu empfehlen die Probenspannung während der Messung kontinuierlich nachzuregeln, so dass das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  durch die Spannung  $U$  kompensiert wird. Damit wird die elektrostatische Wechselwirkung zwischen Cantilever und der Probe minimiert. Um das Kontaktpotenzial quantitativ zu bestimmen, wurde die Frequenzverschiebung  $\Delta f_{el}$  des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  zwischen Probe und Cantilever bei einer Temperatur  $T = 6.7 K$  gemessen. Mit der Gleichung (1.38) wurden die gemessenen Daten gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 1.13 zu sehen.

Die Kontaktpotenzial-Messungen, die in den Grafen (a), (b) und (c) zu sehen sind, wurden bei verschiedenen Abständen  $d$  zwischen Probe und Cantilever gemessen. Die Kontaktpotenziale dieser Messkurven in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  ist im Graf (d) dargestellt.

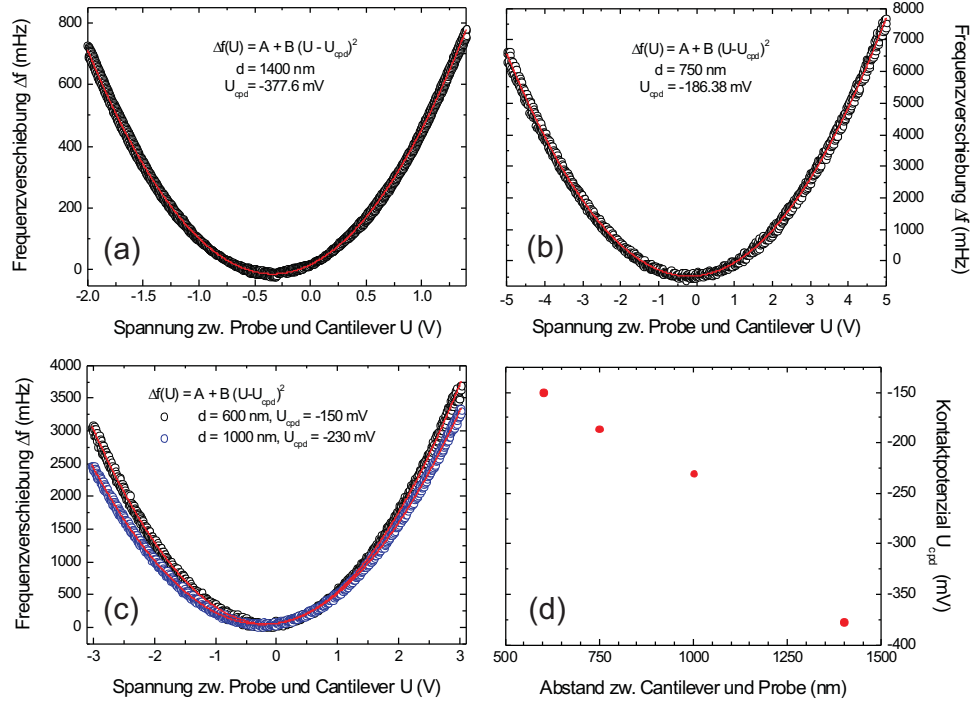
In Abbildung 1.14 wurde die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  doppeltlogarithmisch aufgetragen. Für die Steigung der Kurven, die in Abbildung 1.13 dargestellt sind, wurden Werte zwischen 1.80 – 2.18 erhalten. Diese Werte liegen sehr nahe an dem von der Theorie vorgegebenen Exponenten 2. Dadurch wird gezeigt, dass es sich bei dieser Untersuchung ausschliesslich um langreichweitige elektrostatische Wechselwirkungen handelt.

Obwohl es sich bei dieser Messung nicht um eine systematische Untersuchung der Abstandsabhängigkeit des Kontaktpotenzials handelt, kann trotzdem ein Trend festgestellt werden. In diesem Zusammenhang sollte noch erwähnt werden, dass die Messungen an verschiedenen Tagen und nicht unter gleichen Messbedingungen durchgeführt wurden. Trotzdem ist die Kenntnis, dass das Kontaktpotenzial vom Abstand zwischen Probe und Cantilever abhängt, besonders wichtig, um es durch Anlegen einer Spannung  $U = U_{cpd}$  zu kompensieren.

#### 1.11.1.1 Komplementäre Messung mit R-AFM-Mikroskop

Da in der MRFM-Mikroskopie der Abstand zwischen Cantilever und Probe je nach Grösse des Feldgradienten der Spitze oft jenseits von 100 nm liegt, wurde

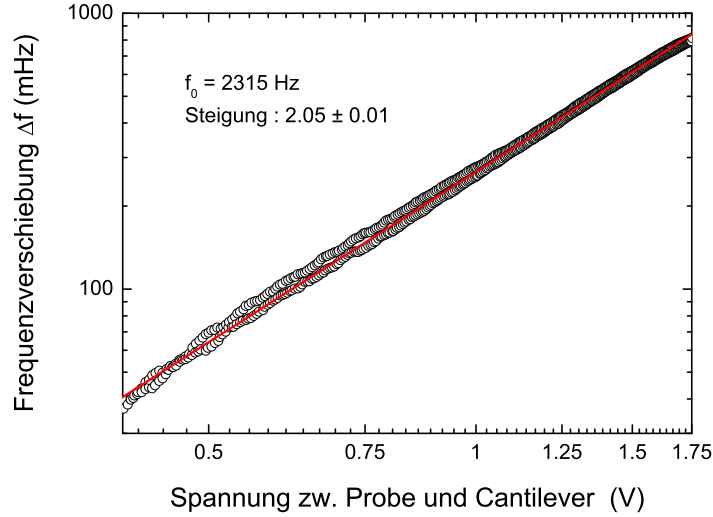




**Abbildung 1.13:** Messung der Frequenzverschiebung  $\Delta f_{el}$  des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  zwischen Probe und Cantilever für verschiedene Abstände bei einer Temperatur  $T = 6.7$  K (a, b und c). Mit der Gleichung (1.38) wurden die Daten gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt und gegen den Abstand  $d$  zwischen Probe und Cantilever aufgetragen (d).

das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  auch für grössere Abstände bis in den Mikrometerbereich mit dem Raumtemperatur MRFM-Mikroskop, das im Kapitel 3 beschrieben wird, gemessen. In diesem Mikroskop wird der Cantilever horizontal zur Probenoberfläche montiert. In Abbildung 1.15 ist der Versuchsaufbau für die Messung des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  schematisch dargestellt.

Das vom 4Q-Detektor detektierte Cantileversignal wird mit einem Bandpassfilter gefiltert und in die COCA (Cantilever Oscillator Control Amplifier) eingespeist. Die COCA detektiert die momentane Resonanzfrequenz des Cantilevers und regt diesen mit der detektierten Resonanzfrequenz über einen Bandpassfilter selbstoszillierend an. Das Anregungssignal der COCA wird in einen FM-Detektor eingespeist, der aus der kontinuierlichen Messung der Phase des Cantileversignals die Frequenzverschiebung misst und diese über einen analogen Ausgang als eine Spannung ausgibt. Deshalb muss der FM-Detektor für die Bestimmung der Frequenzverschiebung des Cantilevers für den jeweiligen Frequenzbereich kalibriert werden. Mit einem Computerprogramm kann die Frequenzverschiebung des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  und des Abstandes  $d$  zwischen Probe und Cantilever, die durch Anlegen einer Span-



**Abbildung 1.14:** Doppeltlogarithmische Auftragung der Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$ . Die Daten wurden linear gefittet und daraus die Steigung  $2.05 \pm 0.01$  bestimmt. Diese Untersuchung wurde bei allen Messkurven, die in Abbildung 1.13 zu sehen sind, durchgeführt und für die Steigung Werte zwischen 1.80 – 2.18 erhalten. Dadurch wird gezeigt, dass die Frequenzverschiebung  $\Delta f \propto (U - U_{cpd})^2$  ausschliesslich auf der elektrostatischen Wechselwirkung zwischen Cantilever und Probe beruht.

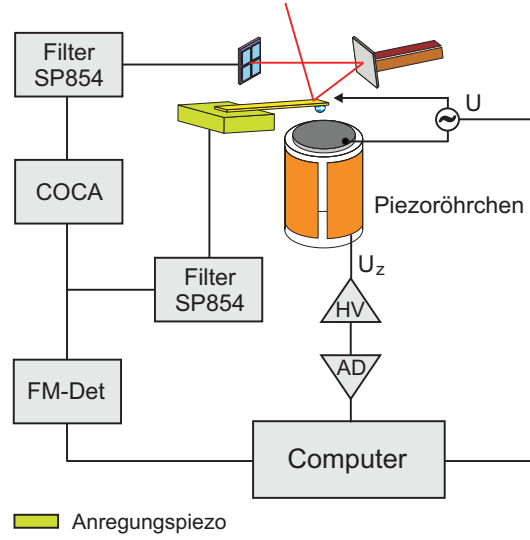
nung  $U_z$  am Piezoröhrchen variiert werden kann, aufgenommen werden. Die Abmessung des bei dieser Messung eingesetzten Cantilevers ist in der Tabelle 1.2 zusammengefasst.

Cantilever	$l$ ( $\mu m$ )	$w$ ( $\mu m$ )	$t$ ( $\mu m$ )	$k$ (N/m)	$f_0$ (kHz)
Nanosensor	220	20	1.06	0.10	30.200

**Tabelle 1.2:** Länge  $l$ , Breite  $w$ , Dicke  $t$ , Federkonstante  $k$  und die Resonanzfrequenz  $f_0$  des Nanosensor-Cantilevers.

Auf das schwingende Ende des Cantilevers wurde eine magnetische Spitze aus  $SmCo$  mit einem Durchmesser  $d = 5 \mu m$  geklebt. Die Güte des Nanosensor Cantilevers wurde mit der Methode des Amplitudenzerfalls, die im nächsten Kapitel genauer beschrieben wird, bestimmt. In Abbildung 1.16 ist die Amplitudenzerfallmessung und eine SEM-Aufnahme (Scanning Electron Microscopy) des Nanosensor-Cantilevers dargestellt.

Aus dem Amplitudenzerfall des Cantileversignals wurde die Zerfallszeit  $\tau$  und daraus die Güte  $Q$  bzw. der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  in Abhängigkeit der



**Abbildung 1.15:** Versuchsaufbau für die Messung des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  zwischen der Probe und dem Cantilever. Der Cantilever wird mit der COCA selbssoszillierend angeregt. Die Frequenzverschiebung des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  zwischen dem Cantilever und der Probe wird mit einem FM-Detektor gemessen und mit einem Computerprogramm abgelesen.

Resonanzfrequenz  $f_0$  und der effektiven Masse  $m_{eff}$  des Cantilevers, bestimmt.

$$\tau = \frac{Q}{\pi f_0} = \frac{2m_{eff}}{\Gamma} \quad (1.41)$$

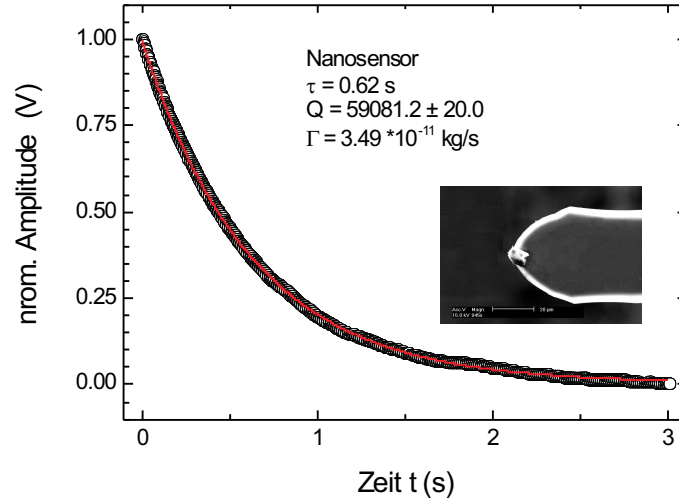
Diese Relation wird im nächsten Kapitel an Hand der Differentialgleichung des gedämpften harmonischen Oszillators hergeleitet.

### 1.11.1.2 Messung des Kontaktpotenzials

Um die elektrostatische Wechselwirkung zwischen der Probe und der magnetischen Spitze des Cantilevers zu untersuchen, wurde die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  zwischen dem Cantilever und der Probe für verschiedene Abstände  $d$  gemessen. Die gemessenen Kurven wurden gemäss Gleichung (1.40) gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt. In Abbildung 1.17 ist das Ergebnis der Kontaktpotenzial-Messung, die an der Silizium-Probe vorgenommen wurde, dargestellt.

Probe	Silizium	Suprasil	Quarz	bestr. Glas
Merkmal	10 nm Gold	–	–	3000 kGy

**Tabelle 1.3:** Die verwendeten Proben, die bei der Kontaktpotenzial- und Kraft-Distanz-Messung im Raumtemperatur-MRFM-Mikroskop verwendet wurden.



**Abbildung 1.16:** Amplitudenzerfall des Nanosensor-Cantilevers. Aus der Zerfallszeit  $\tau$  wurden die Güte  $Q = 59100$  und die Reibungskoeffizienten  $\Gamma = 2.08 \times 10^{-11} \text{ kg/s}$  berechnet.

In der Tabelle 1.3 sind die für die Kontaktpotenzial- und Kraft-Distanz-Messung verwendeten Proben aufgelistet. Bei der Silizium-Probe handelte es sich um dotiertes Silizium, auf das 10 nm Gold aufgedampft wurde.

Die COCA verfügt über einen analogen Ausgang, der die dissipierte Energie des selbstoszillierenden Systems pro Zyklus angibt. Da die Güte des Cantilevers bekannt ist, wurde daraus der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  des Cantilevers mit der Gleichung (1.41) bestimmt.

Zu den einzelnen Grafen der Abbildung 1.17 lässt sich folgendes feststellen.

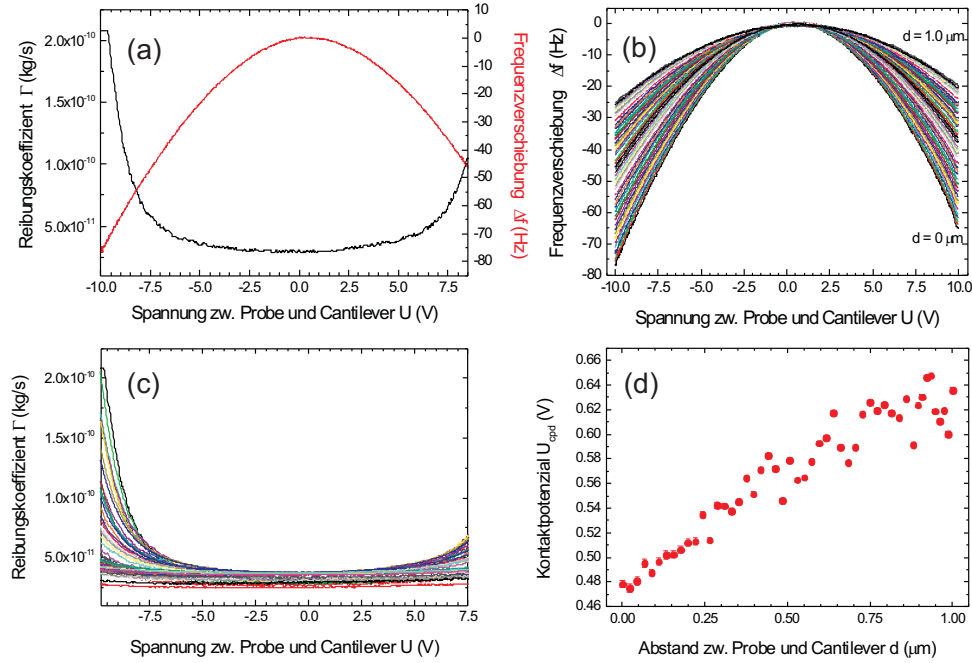
Im Graf (a) ist die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  und der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  in Abhängigkeit der Spannung zwischen Probe und Cantilever dargestellt. Die  $\Delta f - U$ -Kurve hat, wie die Theorie vorgibt  $\Delta f \propto (U - U_{cpd})^2$ , einen parabelförmigen Verlauf. Der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  bleibt, wie es im Graf (c) auch zu sehen ist, für kleine Spannungen weitgehend unverändert. Erst bei Spannungen jenseits von  $\pm 5 \text{ V}$  nimmt der Reibungskoeffizient exponentiell zu.

Im Graf (b) ist die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  in Abhängigkeit der Spannung  $U$  für verschiedene Abstände zu sehen. Die Kurven wurden mit der Gleichung  $\Delta f \propto (U - U_{cpd})^2$  gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt.

Im Graf (d) ist das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  dargestellt. In diesem Graf ist eine steigende Tendenz des Kontaktpotenzials  $U_{cod}$  bei grösser werdendem Abstand  $d$  zu beobachten.

Die gleiche Untersuchung wurde auch an einer Suprasil-Probe durchgeführt mit dem Unterschied, dass auf die Suprasil-Probe kein Gold aufgedampft wurde. Das Ergebniss dieser Untersuchung ist in Abbildung 1.18 zu sehen.

Im Graf (a) ist die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  und der Reibungskoeffizient  $\Gamma$



**Abbildung 1.17:** Messung der Frequenzverschiebung  $\Delta f$  und des Reibungskoeffizienten  $\Gamma$  in Abhängigkeit der Spannung  $U$  für verschiedene Abstände  $0 \leq d \leq 1 \mu\text{m}$  zwischen der Probe und dem Cantilever. Bei dieser Messung wurde eine Silizium-Probe, auf die  $10 \text{ nm}$  Gold bedampft wurde, verwendet. Die Kurven in (a) wurden mit der Gleichung (1.40) gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt. Das Kontaktpotenzial wurde in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  zwischen Probe und Cantilever in (d) aufgetragen. Der Reibungskoeffizient ändert sich erst bei hohen Spannungen etwa ab  $\pm 5 \text{ V}$  (a, c).

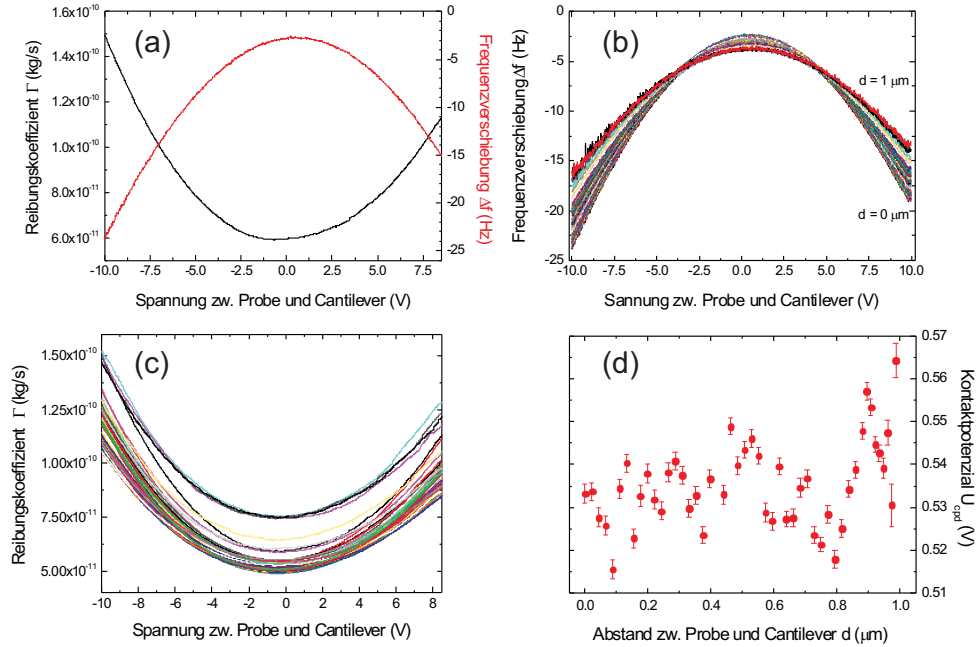
in Abhängigkeit der Spannung zwischen der Probe und dem Cantilever dargestellt. Die  $\Delta f - U$ -Kurve zeigt, wie erwartet, einen parabelförmigen Verlauf. Der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  zeigt ebenfalls, wie es im Graf (c) auch zu sehen ist, eine quadratische Abhängigkeit von der Spannung  $U$ .

Im Graf (b) ist die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  in Abhängigkeit der Spannung  $U$  für verschiedene Abstände zu sehen. Die Kurven wurden ebenfalls mit der Formel  $\Delta f \propto (U - U_{cpd})^2$  gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt.

Im Graf (d) ist das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  dargestellt. Das Kontaktpotenzial zeigt bei dieser Probe keine Abstandsabhängigkeit.

Diese Untersuchung wurde auch an zwei weiteren Proben, nämlich an bestrahltem Glas und Quarz ( $3000 \text{ kGy}$ ) durchgeführt. Diese Proben wurden nicht mit Gold bedampft. Die Kontaktpotenziale  $U_{cpd}$  dieser Proben sind in der Abbildung 1.19 dargestellt.

Bei diesen beiden Proben konnte eine Distanzabhängigkeit des Kontakt-



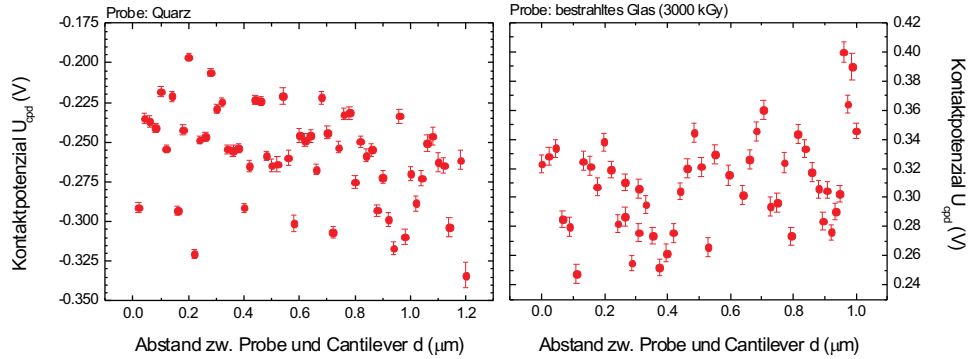
**Abbildung 1.18:** Messung der Frequenzverschiebung  $\Delta f$  und des Reibungskoeffizienten  $\Gamma$  in Abhängigkeit der Spannung  $U$  für verschiedenen Abstände  $0 \leq d \leq 1 \mu\text{m}$  zwischen der Probe und dem Cantilever. Als Probe wurde bei dieser Messung Suprasil verwendet. Die Probe wurde nicht mit Gold bedampft. Die Kurven in (a) wurden mit der Gleichung (1.40) gefittet und daraus das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bestimmt. Das Kontaktpotenzial wurde in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  zwischen Probe und Cantilever in (d) aufgetragen. Der Reibungskoeffizient hat, im Gegensatz zu dem der Silizium-Probe, einen parabelförmigen Verlauf (a, c).

potenzials nicht beobachtet werden. Zum Abschluss dieser Untersuchung wird folgendes festgestellt:

- Bei der mit  $10 \text{ nm}$  Gold bedampften Silizium-Probe wurde eine Distanzabhängigkeit des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  beobachtet.
- Bei allen nicht metallischen Proben wurde keine Distanzabhängigkeit des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  beobachtet.
- Bei allen Proben konnten ein Kontaktpotenzial  $U_{cpd} \neq 0$  gemessen werden.

M. Guggisberg et al. berichten über die Messung des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  in Abhängigkeit des Abstandes zwischen dem Cantilever und einer Probe aus Kupfer  $\text{Cu}(111)$  mit einem kommerziell erhältlichen Nanosensor Cantilever [31]. Für die Abstände  $0.3 \text{ nm} \leq d \leq 94.4 \text{ nm}$  zeigt das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  bei dieser Untersuchung mit einem AFM-Mikroskop bei Raumtemperatur unter UHV-Bedingungen keine Distanzabhängigkeit.

Der Grund für die Distanzabhängigkeit des Kontaktpotenzials, das wir bei der Goldprobe beobachtet haben, könnte folgender sein.



**Abbildung 1.19:** Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  einer mit 3000  $kGy$  bestrahlten Quarz- und einer Glas-Probe. Das Kontaktpotenzial dieser Proben zeigt keine eindeutige Abstandsabhängigkeit.

- Bei der Goldprobe wurde 10  $nm$  Gold auf ein Siliziumsubstrat aufgedampft. Da es sich beim Aufdampfen um einen statistischen Prozess handelt, kann man davon ausgehen, dass die Goldschicht dieser Probe nicht in kristalliner Form vorliegt, wie dies bei Kupfer  $Cu(111)$  der Fall ist. Die Distanzabhängigkeit des Kontaktpotenzials ist vermutlich eine Folge der Unebenheit der Probeoberfläche. Denn aufgrund der Unebenheit sind die Austrittsarbeiten der Ladung auf der Probenoberfläche lokal unterschiedlich.
- Die magnetische Spitze des Cantilevers ist im Vergleich zu den integrierten Spitzen der kommerziell erhältlichen Cantilevern relativ stumpf. Deshalb erstreckt sich die elektrostatische Wechselwirkung auf einen viel grösseren Bereich.

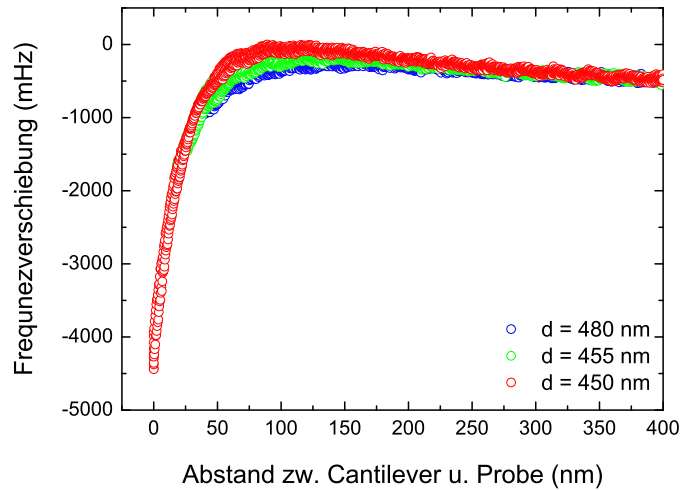
Durch das Kontaktpotenzial  $U_{cpd} = 0.3 \text{ V}$  wirkt eine elektrostatische Kraft  $F_{el} = 6.26 \times 10^{-11} \text{ N}$  auf die Cantileverspitze mit einem Radius  $a = 2.5 \mu\text{m}$  und einem Abstand  $z = 500 \text{ nm}$  zur Probe (Gleichung 1.39). Wie bereits erwähnt, werden bei der MRFM-Mikroskopie die Wechselwirkungskräfte zwischen dem Spin des Elektrons in der Probe und dem magnetischen Moment der Cantileverspitze, die im Attonewtonbereich liegen, gemessen. Deshalb wirken die um sieben Größenordnungen grösseren elektrostatischen Kräfte störend und sollten durch Anlegen einer Spannung  $U = U_{cpd}$  zwischen Probe und Cantilever kompensiert werden.

### 1.11.2 Wechselwirkung zwischen Cantileverspitze und Probe

Die Sensitivität eines Cantilevers ist maximal, wenn er mit der Resonanzfrequenz  $f_0$  schwingt. Durch die störenden Wechselwirkungskräfte verschiebt sich die Resonanzfrequenz  $f_0$  des Cantilevers. Dadurch wird die Güte und die Sensitivität des Cantilevers beeinträchtigt. An Hand der Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$

des Cantilevers können die Wechselwirkungskräfte in Abhängigkeit des Abstandes zwischen Probe und Cantilever untersucht werden. Da es sich bei der MRFM-Mikroskopie um die Messung magnetischer Kräfte im Attonewtonbereich handelt, ist die Untersuchung dieser Wechselwirkungskräfte unabdingbar.

Der Versuchsaufbau der Kraft-Distanzmessung ist dem der Kontaktpotenzialmessung sehr ähnlich (siehe Abbildung 1.15). Bei der Kraft-Distanzmessung wird die Spannung zwischen Probe und Cantilever konstant gehalten und der Abstand mit dem Piezoröhrchen variiert. Mit dem FM-Detektor wird die Frequenzverschiebung des selbstoszillierend angeregten Cantilevers gemessen. In Abbildung 1.20 ist eine typische Kraft-Distanz-Kurve des IBM-Cantilevers in senkrechter Orientierung, die bei einer Temperatur  $T = 6.5 \text{ K}$  unter UHV-Bedingung aufgenommen wurde, für verschiedene Abstände dargestellt.



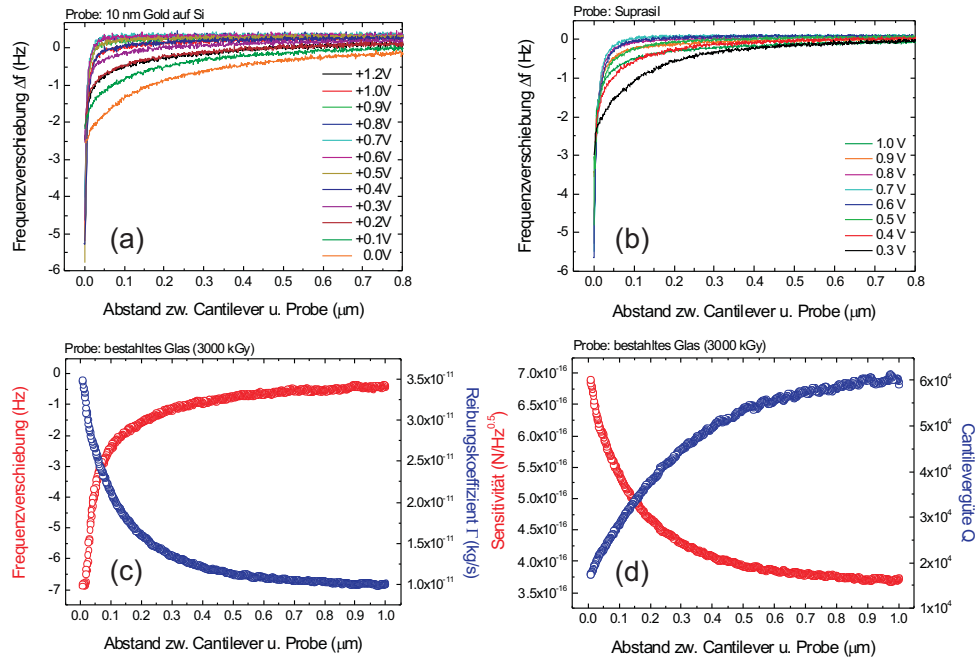
**Abbildung 1.20:** Messung der Kraft-Distanz-Kurve für verschiedene Abstände zwischen Cantilever und Spitze bei einer Temperatur  $T = 6.5 \text{ K}$ . Die Kurven wurden mit dem Tieftemperatur-MRFM-Mikroskop aufgenommen.

Vor Beginn der Kraft-Distanz-Messung wird der Abstand  $d$  zwischen Probe und Cantilever so gewählt, dass der Cantilever nicht mit der Probe in Berührung kommt. Dadurch wird eine mögliche Beschädigung der Cantileverspitze bzw. der Probe vermieden. Bei der Kraft-Distanz-Messung, die in der Abbildung 1.20 dargestellt ist, wurde z. B. der Abstand zwischen 450 nm und 480 nm variiert. Durch die Annäherung des Cantilevers an die Probe von 460 nm bis etwa 100 nm nimmt die Resonanzfrequenz des Cantilevers um etwa  $+360 \text{ mHz}$  zu und für Abstände jenseits von 100 nm nimmt sie um etwa  $-4.54 \text{ Hz}$  ab. Ein ähnliches Resultat ist aus der früheren Arbeit, die bei Raumtemperatur durchgeführt wurde, bekannt [32]. Für die Abstände grösser als 100 nm dominieren die Zugkräfte und für Abstände kleiner als 100 nm dominieren die lateralen



Kräfte, die auf die Cantileverspitze wirken. Durch die Zugkräfte erhöht sich die Resonanzfrequenz des Cantilevers und durch die lateralen Kräfte nimmt sie ab [6].

Zusätzlich zur Messung der Kraft-Distanz-Kurven mit dem Tieftemperatur MRFM-Mikroskop, wurde die gleiche Messung mit dem Raumtemperatur MRFM-Mikroskop mit waagerechter Orientierung des Cantilevers zur Probe durchgeführt. Der Versuchsaufbau dieser Messung ist in Abbildung 1.15 dargestellt. Die Dissipation bzw. die Reibungskoeffizienten  $\Gamma$  wurden ähnlich zur Messung des Kontaktpotenzials über den analogen Ausgang der COCA gemessen.



**Abbildung 1.21:** Kraft-Distanz-Kurven in Abhängigkeit der Spannung zwischen Cantilever und Probe aus 10 nm Gold auf Silizium (a) bzw. Suprasil (b). Im Grafen (c) und (d) sind die Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$  und der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  bzw. die Güte  $Q$  des Cantilevers in Abhängigkeit des Abstandes zu sehen. Bei diesen beiden Grafen wurde das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  nicht kompensiert.

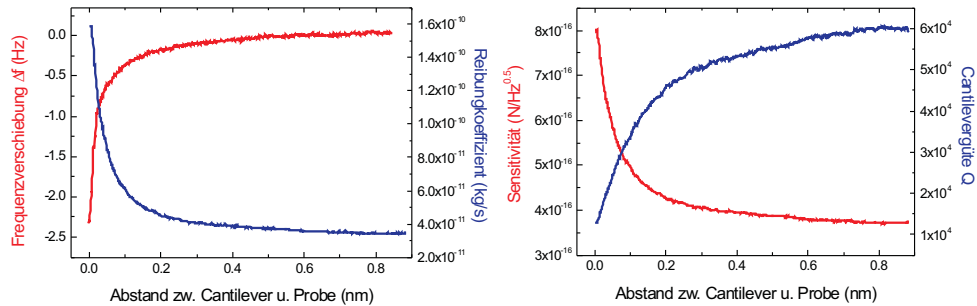
In Abbildung 1.21 ist die Kraft-Distanz-Messung in Abhängigkeit der äusseren Spannung zwischen Cantilever und Probe für eine Silizium-Probe mit 10 nm Goldschicht (a) und eine Suprasil-Probe (b) repräsentativ dargestellt. Im Grafen (c) und (d) sind die Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$ , der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  und die Cantilevergüte  $Q$  in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  aufgetragen. Zu den jeweiligen Grafen lässt sich folgendes feststellen:

Im Graf (a) ist die Frequenzverschiebung des Cantilevers in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  bei verschiedenen Spannungen zu sehen. Die Spannung zwischen Cantilever und Probe wurde zwischen 0.0 V und 1.2 V in 0.1 V-Schritten

variiert. Bei 0.0 V erstreckt sich der elektrostatische Wechselwirkungsbereich über den ganzen Messbereich (orange Linie). Durch die schrittweise Erhöhung der Spannung auf 0.5 – 0.8 V reduziert sich der Wechselwirkungsbereich auf etwa 50 nm. Aus der distanzabhängigen Messung des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$ , aus dem vorherigen Abschnitt, ist bekannt, dass bei dieser Probe das Kontaktpotenzial im Bereich  $0.5 \text{ V} \leq U_{cpd} \leq 0.7 \text{ V}$  liegt. Durch die Kompensation des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  lässt sich der Wechselwirkungsbereich auf 50 nm reduzieren. Für kleine Abstände  $d$  im Nanometerbereich dominieren die Van der Waals Kräfte und die chemischen Kräfte [33, 34].

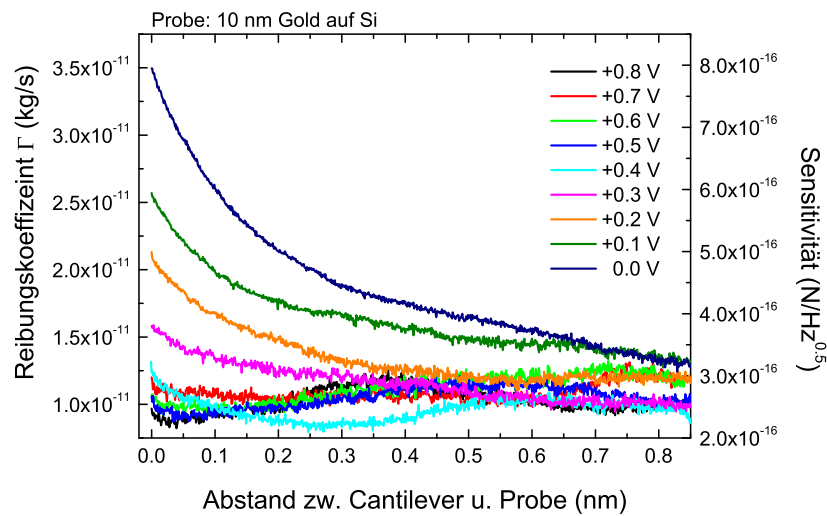
Bei der Suprasil-Probe wurde eine sehr ähnliche Beobachtung gemacht (Graf (b)). Bei dieser Probe lässt sich durch die Kompensation des Kontaktpotenzials der Wechselwirkungsbereich auf etwa 100 nm reduzieren. Dieser Wechselwirkungsbereich ist um einen Faktor zwei grösser als bei der mit 10 nm Gold bedampften Silizium-Probe. Dies ist darauf zurück zu führen, dass sich die Oberflächenladung bei der Silizium-Probe aufgrund der besseren Leitfähigkeit des Goldes durch Anlegen einer Spannung  $U = U_{cpd}$  besser kompensieren lässt, als dies bei der Suprasil-Probe der Fall ist.

Im Grafen (c) bzw. (d) ist der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  und die Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$  bzw. die Güte  $Q$  und die Sensitivität (nach Gleichung 1.2) des Cantilevers in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  aufgetragen. Als Probe wurde bestrahltes Glas (3000 kGy) benutzt. Bei dieser Messung wurde das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  nicht kompensiert. Deshalb erstreckt sich der Wechselwirkungsbereich, wie es in der Frequenzverschiebungskurve zu sehen ist, aufgrund der elektrostatischen Kräfte über den ganzen Messbereich. Der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  zeigt eine exponentielle Abhängigkeit vom Abstand  $d$  und nimmt für diesen Messbereich um einen Faktor drei zu. Die Güte  $Q$  des Cantilevers verschlechtert sich in diesen Messbereich von 59000 auf etwa 17000. Die Sensitivität des Cantilevers verschlechtert sich ebenfalls um den Faktor zwei.



**Abbildung 1.22:** Kraft-Distanz-Kurven in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  zwischen Probe und Cantilever an der Quarz-Probe. Im rechten Graf sind die Frequenzverschiebung  $\Delta f_0$  und der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  und im linken Graf sind die Güte  $Q$  und die Sensitivität des Cantilevers in Abhängigkeit des Abstandes dargestellt. Bei diesen beiden Grafen wurde das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  nicht kompensiert.

In Abbildung 1.22 ist die Kraft-Distanz-Messung, die an der Quarz-Probe durchgeführt wurde, dargestellt. Bei dieser Messung wurde das Kontaktpotenzial ebenfalls nicht kompensiert. Abgesehen von der mit 10 nm Gold bedampften Probe, zeigen die Ergebnisse der Kraft-Distanz-Messungen an allen anderen Proben einen ähnlichen Verlauf und lassen keine Schlüsse über die materialspezifischen Eigenschaften der Probe zu.



**Abbildung 1.23:** Der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  und die Sensitivität des Cantilevers in Abhängigkeit des Abstandes und der Spannung zwischen Cantilever und Probe. Durch die Kompensation des Kontaktpotenzials ändern sich der Reibungskoeffizient und die Sensitivität des Cantilevers über den gesamten Messbereich nicht signifikant. Wenn das Kontaktpotenzial nicht kompensiert wird, erhöht sich der Reibungskoeffizient um den Faktor 3.5 und die Sensitivität verschlechtert sich um den Faktor 2.5.

Der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  wurde in Abhängigkeit des Abstandes  $d$  zwischen Probe und Cantilever bei verschiedenen Spannungen gemessen. Als Probe wurde die Silizium-Probe mit 10 nm aufgedampfter Goldschicht verwendet. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 1.23 dargestellt. Durch die Kompensation des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  bleiben der Reibungskoeffizient und die Sensitivität des Cantilevers über den ganzen Messbereich konstant. Wird dagegen das Kontaktpotenzial nicht kompensiert, so erhöht sich der Reibungskoeffizient um den Faktor 3.5 bzw. verschlechtert sich die Sensitivität um den Faktor 2.5.

Im Anschluss an diese Messreihe, lässt sich folgendes feststellen.

- Durch die Kompensation des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  lässt sich bei der Silizium-Probe der Wechselwirkungsbereich auf weniger als 100 nm reduzieren. Dies bedeutet, dass jenseits des Wechselwirkungsbereichs die Güte und die Sensitivität des Cantilevers nicht beeinträchtigt werden.
- Bei den restlichen Proben lässt sich durch die Kompensation des Kontakt-

potenzials  $U_{cpd}$  der Wechselwirkungsbereich auf etwa 200 nm reduzieren.

- Aus der Kraft-Distanz-Messung an Suprasil-, Quarz- und bestrahlter Glas-Probe konnte keine Erkenntnisse über die materialspezifischen Eigenschaften der Proben gewonnen werden.
- Die Zugkräfte, die beim IBM-Cantilever ( $k = 1.54 \times 10^{-4} \text{ N/m}$ ) in der Kraft-Distanz-Kurve in Abbildung 1.20 zur Erhöhung der Resonanzfrequenz geführt haben, konnten mit dem Nanosensor-Cantilever mit einer um etwa vier Größenordnungen grösseren Federkonstante ( $k = 0.24 \text{ N/m}$ ) nicht beobachtet werden.

### 1.11.3 Magnetische Kräfte

Für die quantitative Untersuchung der magnetischen Wechselwirkung zwischen der magnetischen Spitze des Cantilevers und dem äusseren statischen Magnetfeld  $\vec{B}_z$  wird die Resonanzfrequenz des Cantilevers in Abhängigkeit vom äusseren Magnetfeld  $\vec{B}_z$  gemessen. Ziel dieser Messung waren:

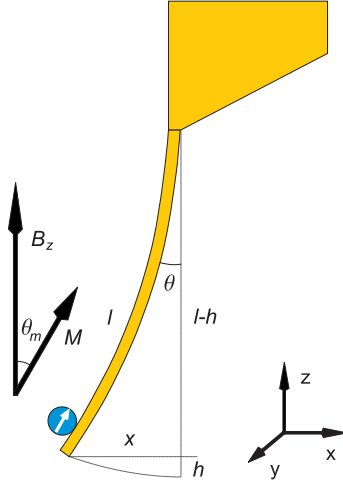
- Bestimmung des magnetischen Momentes  $\vec{m}$  bzw. der Magnetisierung  $\vec{M}$  der magnetischen Spitze
- Charakterisierung der magnetischen Spitze und Bestimmung der Magnetisierungsrichtung.
- Bestimmung des Feldgradienten  $G$  der magnetischen Spitze

Durch die Schwingung des Cantilevers wird die Richtung der Magnetisierung  $\vec{M}$  der magnetischen Cantileverspitze gegenüber dem äusseren statischen Magnetfeld  $B_z$  zyklisch gedreht. Durch die zyklische Richtungsänderung der Magnetisierung  $\vec{M}$  der magnetischen Spitze gegenüber dem äusseren Magnetfeld  $\vec{B}$  erfährt der schwingende Cantilever eine magnetische Kraft  $\vec{F}$ . Dadurch verschiebt sich die Resonanzfrequenz des Cantilevers.

Die Cantilever-Magnetometrie ist eine bewährte Methode für die Untersuchung des magnetischen Momentes und der Magnetisierung eines magnetischen Partikels bei tiefen Temperaturen und hohen Magnetfeldern [35]. Im nächsten Abschnitt wird die Methode der Cantilever-Magnetometrie vorgestellt und im Anschluss daran werden die experimentellen Ergebnisse der Cantilever-Magnetometrie, die an einem IBM-Cantilever vorgenommen wurde, präsentiert.

#### 1.11.3.1 Cantilever-Magnetometrie

In diesem Abschnitt wird die Resonanzfrequenz  $f_0$  des IBM-Cantilevers mit einer magnetischen Spitze aus *SmCo* mit dem Radius  $a \approx 6 \text{ } \mu\text{m}$  in Abhängigkeit vom äusseren Magnetfeld  $\vec{B}$  untersucht. Aus der Frequenzverschiebung des Cantilevers wird das magnetische Moment  $\vec{m}$  bzw. die Magnetisierung  $\vec{M}$  der Cantileverspitze bestimmt. In Abbildung 1.24 ist die Schwingung eines Cantilevers mit einer integrierten magnetischen Spitze in einem homogenen statischen magnetischen Feld in  $z$ -Richtung schematisch dargestellt.



**Abbildung 1.24:** Schematische Darstellung eines schwingenden Cantilevers mit einer magnetischen Spitze in einem statischen Magnetfeld  $\vec{B}$  in  $z$ -Richtung.

Hierzu wird wie folgt vorgegangen. Zunächst betrachten wir die potenzielle Energie  $E_{pot}$  eines schwingenden Cantilevers mit einer magnetischen Spitze in einem statischen Magnetfeld  $\vec{B} = (0, 0, B)$ . Hierbei wird die magnetische Spitze des Cantilevers als idealer magnetischer Dipol mit einem magnetischen Moment  $\vec{m}$  angenommen.

$$E_{pot}(x) = -\vec{m} \cdot \vec{B} + \frac{1}{2}kx^2 = -mB \cdot \cos(\theta_m) + \frac{1}{2}kx^2 \quad (1.42)$$

$k$  ist die Federkonstante,  $x$  die Auslenkung des Cantilevers und  $\theta_m$  ist der Winkel zwischen der Magnetisierungsrichtung der Spitze und dem statischen Magnetfeld  $\vec{B}$ . Für sehr kleine Amplituden  $\frac{x}{l} \ll 1$  kann näherungsweise  $\theta_m \approx \theta$  gesetzt werden. Mit dieser Näherung wird die potenzielle Energie in folgende Form gebracht.

$$E_{pot}(x) = -\sqrt{1 - \left(\frac{x}{l}\right)^2} \cdot mB + \frac{1}{2}kx^2 \quad (1.43)$$

Nun lassen sich die Kraft  $F = -\frac{\partial}{\partial x}E_{pot}(x)$  und die Resonanzfrequenz  $\omega$  des Cantilevers aus der Bewegungsgleichung in Abhängigkeit des statischen Magnetfeldes  $\vec{B}$  approximativ berechnen.

$$F(x) = -\left(\frac{mB + l^2k}{l^2}\right)x - \frac{mB}{2l^2}x^3 = m_{eff}\ddot{x} \quad (1.44)$$

Aus dem harmonischen Teil der Differentialgleichung, d.h. ohne Berücksichtigung des  $x^3$ -Terms erhält man

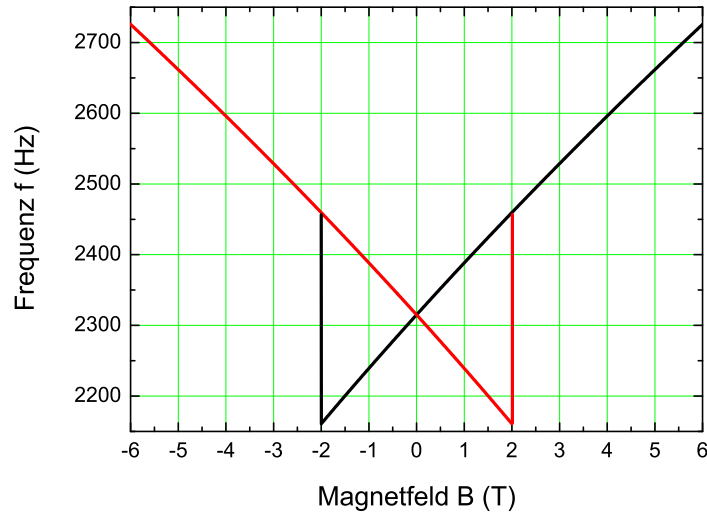
$$\omega_h(B) = \sqrt{\frac{l^2k + mB}{m_{eff}l^2}} = \omega_0 \sqrt{1 + \frac{mB}{l^2k}}. \quad (1.45)$$

Dabei ist  $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m_{eff}}}$  die Resonanzfrequenz des freien Cantilevers. Wird der anharmonische Anteil bzw. der  $x^3$ -Term in der Differentialgleichung (1.44)

berücksichtigt, so erhält man folgende Relation für die Resonanzfrequenz  $\omega(B)$  in Abhängigkeit des statischen Magnetfeldes.

$$\omega(B) = \omega_h(B) \left( 1 + \frac{3}{8} \frac{mB}{l^2 k + mB} \left( \frac{A}{l} \right)^2 \right) \quad (1.46)$$

Dabei ist  $A$  die Amplitude des Cantilevers. Mit der Gleichung (1.46) wurde die Hysteresekurve des Cantilevers mit einer hartmagnetischen Spitze mit einer Schwingungsamplitude  $A = 10 \text{ nm}$  simuliert. Das Ergebnis dieser Simulation wird in Abbildung 1.25 illustriert. Der Frequenzverschiebungsbeitrag durch den zweiten Term in der Gleichung (1.46) liegt im Mikroherzbereich, deshalb wird im Folgenden  $\omega(B) \approx \omega_h(B)$  angenommen.

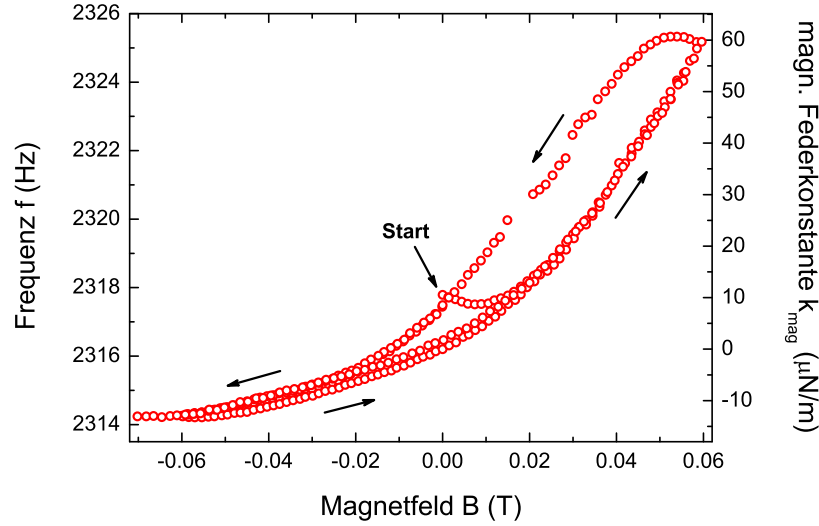


**Abbildung 1.25:** Simulierte Frequenzabhängigkeit des IBM-Cantilevers vom statischen Magnetfeld  $B_z$  mit einer hartmagnetischen Spitze. Die Amplitude des Cantilevers wird  $A = 10 \text{ nm}$  angenommen. Die Durchlaufrichtung der Kurve ist durch die Zahlen 1 – 6 gekennzeichnet.

Aus der Abbildung 1.26 ist zu entnehmen, dass die Resonanzfrequenz des Cantilevers vom äusseren Magnetfeld  $B$  abhängt. Die Verschiebung der Resonanzfrequenz des Cantilevers bedeutet gleichzeitig eine Änderung der Federkonstante  $k$  des Cantilevers. Deshalb ist es sinnvoll, eine magnetfeldabhängige effektive Federkonstante  $k_{eff}$  einzuführen [36].

$$k_{eff}(B) = k_0 \left( \frac{f_0(B)}{f_0(B=0)} \right)^2 \quad (1.47)$$

Damit lässt sich die magnetische Federkonstante  $k_{mag} = k_{eff} - k_0$  aus der Differenz zwischen der effektiven Federkonstanten  $k_{eff}$  und der Federkonstante  $k_0$  des freien Cantilevers bestimmen.



**Abbildung 1.26:** Die Resonanzfrequenz des selbstoszillierenden Cantilevers wurde in Abhängigkeit vom Magnetfeld  $B$  gemessen. Die Daten wurden in den Bereichen  $B > 0$  und  $B < 0$  mit der Gleichung (1.45) gefittet. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in der Tabelle 1.4 zusammengefasst. Darüberhinaus wurde die magnetische Federkonstante des Cantilevers in Abhängigkeit des Magnetfeldes  $B$  mit Hilfe der Gleichung (1.47) berechnet

Die Hysterese-Kurve des selbstoszillierenden Cantilevers wurde bei einer Temperatur  $T = 7\text{ K}$  unter UHV-Bedingung aufgenommen. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 1.26 zu sehen.

	$m$ ( $10^{-12}\text{Am}^2$ )	$M_s$ ( $\text{A/m}$ )	$\mu_0 M_s$ ( $\text{mT}$ )
$B < 0$ :	$0.94 \pm 0.01$	$20896 \pm 270$	$26.21 \pm 0.33$
$B > 0$ :	$5.28 \pm 0.07$	$117395 \pm 1524$	$148.22 \pm 2.15$

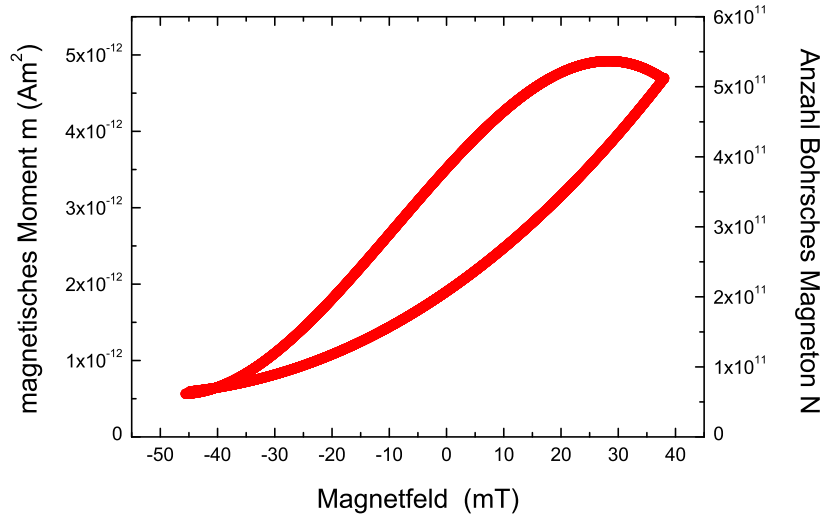
**Tabelle 1.4:** Bestimmung des magnetischen Moments  $m$  und der Sättigungsmagnetisierung  $M_s$  der magnetischen Spitze ( $\text{SmCo}$ ) aus der Magnetfeldabhängigkeit der Resonanzfrequenz des weichen IBM-Cantilevers. Die Messung wurde bei einer Temperatur  $T = 7\text{ K}$  unter UHV-Bedingung durchgeführt.

Die Daten wurden in den Bereichen  $B < 0$  und  $B > 0$  mit Hilfe der Gleichung (1.45) linear angepasst. Aus der Steigung der linearen Anpassung wurde das magnetische Moment  $m$  der  $\text{SmCo}$ -Spitze bestimmt. Da nun das Volumen der  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ -Spitze  $V = 4.5 \times 10^{-17}\text{m}^3$  bekannt ist, wurde die Sättigungsmagnetisierung  $M_s = m/V$  bzw.  $\mu_0 M_s$  berechnet. Das Ergebnis dieser Messung ist in der Tabelle 1.4 zusammengefasst.

Für die Berechnung des magnetischen Moments der Cantileverspitze wurde die Gleichung (1.45) in die folgende differentielle Form

$$m(B) = \frac{2l^2k}{\omega_0} \cdot \frac{\partial \omega(B)}{\partial B} = \frac{2l^2k}{f_0} \cdot \frac{\partial f(B)}{\partial B} \quad (1.48)$$

umgeschrieben und damit das magnetische Moment  $m$  der Cantileverspitze berechnet. Aus dem berechneten magnetischen Moment  $m$  der Cantileverspitze wurde die Anzahl  $N = \frac{m}{\mu_B}$  des Bohrschen Magnetons  $\mu_B = 9.274078 \times 10^{-24} \text{ Am}^2$  berechnet. Das Bohrsche Magneton beschreibt das magnetische Moment eines Elektrons im Grundzustand des Wasserstoffatoms.  $N$  gibt die Anzahl der Elektronen mit jeweils einem Bohrschen Magneton  $\mu_B$  an, die erforderlich sind, um ein gesamt magnetisches Moment in der Grössenordnung des magnetischen Moments  $m$  der Cantileverspitze zu erzeugen. In Abbildung 1.27 sind das magnetische Moment  $m$  der Cantileverspitze und die Anzahl  $N$  des Bohrschen Magnetons in Abhängigkeit des äusseren Magnetfeldes  $B_z$  dargestellt.

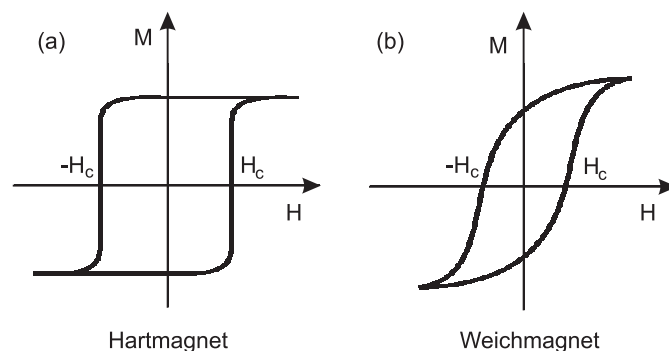


**Abbildung 1.27:** Das magnetische Moment des Cantilevers in Abhängigkeit vom äusseren Magnetfeld  $B_z$ . Das magnetische Moment  $m(B)$  der Cantileverspitze wurde mit der Gleichung (1.48) berechnet.

Die Hysteresekurve lässt folgende Interpretationen zu:

- Der Verlauf der Hysteresekurve lässt vermuten, dass es sich bei dieser magnetischen Spitze des Cantilevers nicht um einen Hartmagneten, sondern um einen Weichmagneten handelt. In Abbildung 1.28 ist die Hysteresekurve eines Hartmagneten und eines Weichmagneten illustriert.
- Auf Grund der magnetischen Anisotropie besitzen die Ferromagneten eine bevorzugte Magnetisierungsrichtung, welche in der Literatur als schwere



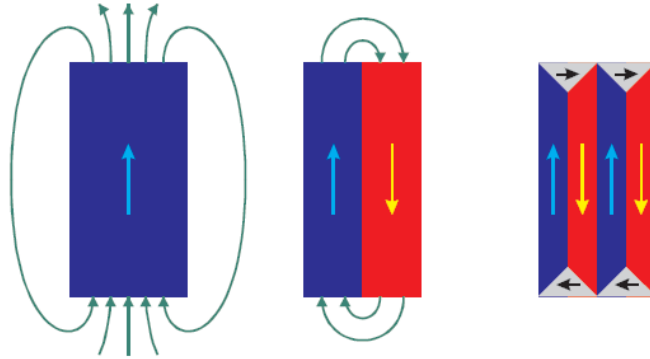


**Abbildung 1.28:** Hysteresekurven eines Hartmagneten (a) und eines Weichmagneten (b). In dieser Abbildung ist deutlich erkennbar, dass bei der Ummagnetisierung beim Hartmagneten eine viel höhere Koerzitivkraft benötigt wird, als beim Weichmagneten.

Achse bezeichnet wird. Die Ursache für die Anisotropie ist die Spin-Bahn-Kopplung. Die Spin-Bahn-Kopplung resultiert aus der Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment des Elektrons und dem effektiven Magnetfeld, das durch die Bewegung des Elektrons um den Atomkern induziert wird. Ein vergleichbares Hystereseverhalten ist auch bei Hartmagneten zu beobachten, bei denen die bevorzugte Magnetisierungsrichtung (schwere Achse) mit der Richtung des äusseren Magnetfeldes  $B_z$  nicht übereinstimmt. Die Hysteresekurven eines Ferromagneten (*SmCo*) wurden in Abhängigkeit des Winkels  $0^\circ \leq \theta \leq 60^\circ$  zwischen der bevorzugten Magnetisierungsrichtung und dem äusseren Magnetfeld  $B_z$  simuliert (Abbildung 1.30). In den Hysteresekurven ist deutlich erkennbar, dass mit steigendem Winkel  $\theta$  zwischen der schweren Achse des Ferromagneten und dem äusseren Magnetfeld  $B_z$ , die Form der Hysteresekurve der eines Weichmagneten ähnlicher wird.

Aus der Literatur ist bekannt, dass die Grösse der magnetischen Domänen von *SmCo* im Sub-Mikrometerbereich liegt [37, 38]. Die magnetische Spitze des Cantilevers besitzt einen Radius von etwa  $a \approx 3 \mu m$ . Deshalb ist anzunehmen, dass es sich bei dieser magnetischen Spitze nicht um einen monodomänen Ferromagneten handelt. In Abbildung 1.29 ist das Magnetfeld (grüne Linien) eines ein-, zwei- und vieldomänen Ferromagneten skizziert. Der eindomäne Ferromagnet besitzt im Gegensatz zu zwei- und vieldomänen Ferromagneten ein viel grösseres Magnetfeld bzw. einen grösseren Magnetfeldgradienten  $G$ .

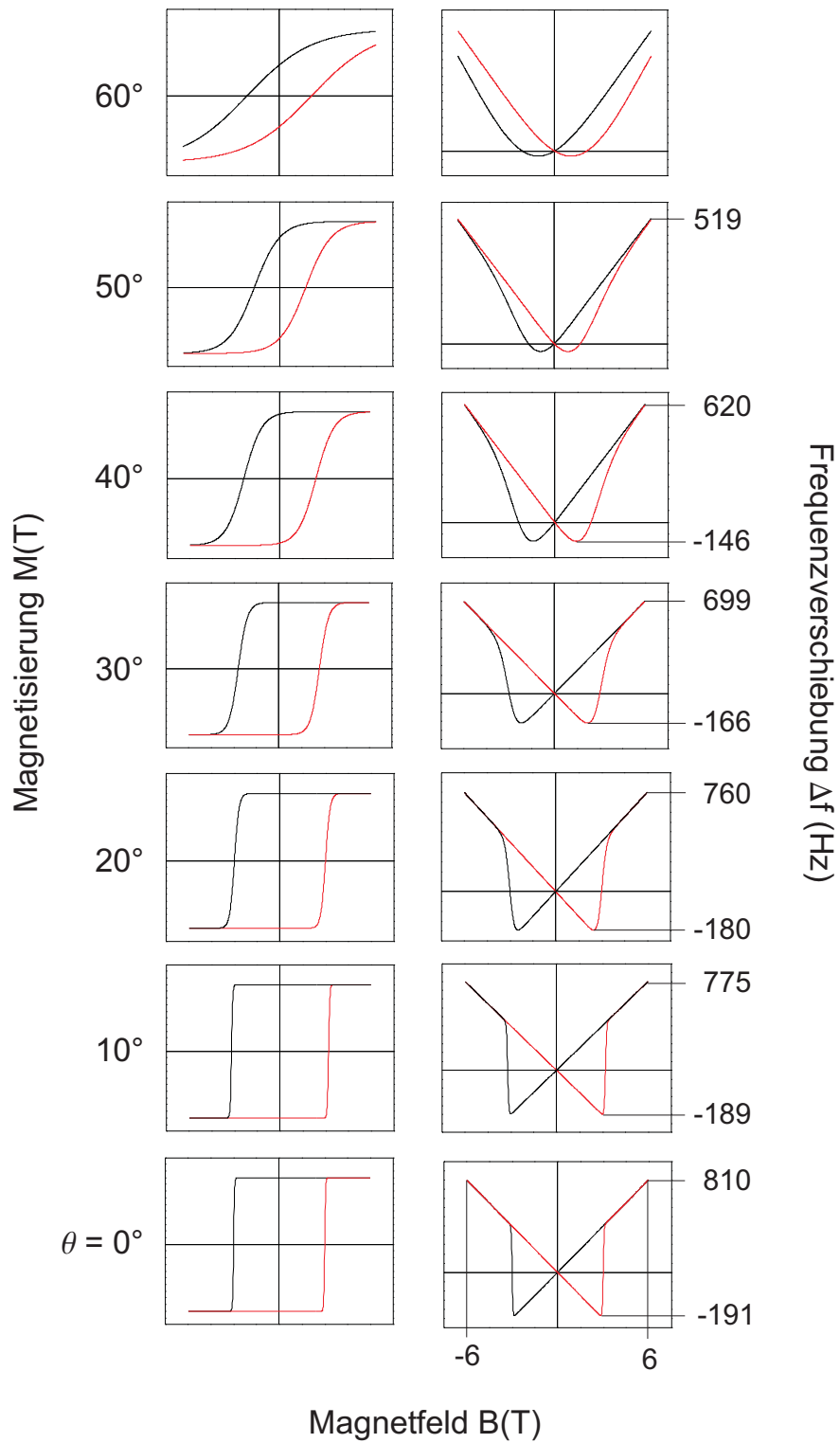
In der MRFM-Mikroskopie sind grosse Magnetfeldgradienten  $G \geq 1 \text{ G/nm}$  erforderlich, um die Wechselwirkung auf einen räumlich kleinen Resonanzbereich zu reduzieren. Durch grosse Magnetfeldgradienten kann eine grössere Kraft auf das magnetische Moment der Elektronen im Resonanzbereich der Probe ausgeübt werden (siehe Gleichung 1.25). Mit der magnetischen Kraft  $\vec{F}_e$ , die proportional zum Magnetfeldgradienten  $G$  der magnetischen Spitze des Cantilevers ist, werden die magnetischen Momente  $\vec{m}$  der Elektronen im Resonanzbereich der Probe invertiert. Diese magnetische Wechselwirkung ist die Ursache für die Verschiebung der Resonanzfrequenz  $f_0$  des Cantilevers, die mit unse-



**Abbildung 1.29:** Darstellung der magnetischen Domänen eines ein-, zwei- und vieldomänen Ferromagneten. Das Magnetfeld der Ferromagneten wird durch die grünen Linien dargestellt. Bei eindomänen Ferromagneten verlaufen im Gegensatz zu zwei- und vieldomänen Ferromagneten, die magnetischen Feldlinien ausserhalb des Ferromagneten. Deshalb induzieren die eindomänen Ferromagneten im Vergleich zu den vieldomänen Ferromagneten ein viel grösseres Magnetfeld bzw. einen grösseren Magnetfeldgradienten, der bei der MRFM-Mikroskopie eine entscheidende Rolle spielt.

rem System im Sub-Millihertzbereich gemessen werden kann. Falls die Kraft  $F_e$  für die Invertierung des magnetischen Momentes der Elektronen unzureichend ist, müsste um die Kraft zu erhöhen, der Abstand zwischen Cantilever und Probe reduziert werden. Dadurch steigt aber der dissipative Anteil der Wechselwirkung zwischen der Cantileverspitze und der Probe an. Der dissipative Anteil der Wechselwirkung beeinträchtigt die Güte  $Q$  und damit auch die Sensitivität des Cantilevers. Deshalb ist in der MRFM-Mikroskopie im Idealfall eine monodomänige magnetische Spitze mit der Grösse in der materialspezifischen Grösse einer einzelnen magnetischen Domäne erwünscht. Dieses Ziel kann durch Kleben einer magnetischen Spitze im Mikrometerbereich sowie anschliessender Reduzierung des Volumens auf die Grösse einer einzelnen magnetischen Domäne des verwendeten Magneten und Formung der magnetischen Spitze mit FIB (Focused Ion Beam) erreicht werden [14].

Die Hysteresekurven eines ferromagnetischen Materials mit der Sättigungsmagnetisierung  $M_s$  wurden für verschiedene Winkel  $\theta$  zwischen dem äusseren Magnetfeld  $B$  und der schweren Achse der ferromagnetischen Spitze simuliert. Bei der Simulation wurde angenommen, dass der Hartmagnet aufgrund der magnetischen Anisotropie eine schwere Achse besitzt, und die anderen potenziellen Magnetisierungsachsen werden als isotrop angenommen. Aus den simulierten Hysteresekurven wurde die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  für einen IBM-Cantilever mit einer magnetischen Spitze im Mikrometerbereich berechnet. Die simulierten Kurven sind in der Abbildung 1.30 dargestellt.



**Abbildung 1.30:** Simulierte Hysterese-Kurven eines Hartmagneten in Abhängigkeit des Winkels zwischen der schweren Achse des Magneten und der Richtung des äusseren Magnetfeldes  $B_z$ . Aus den simulierten Hysterese-Kurven wurde die Frequenzverschiebung eines IBM-Cantilevers mit einer hartmagnetischen Spitze im Mikrometerbereich berechnet.

## 1.12 Theorie der MRFM-Mikroskopie

MRFM basiert auf der Detektion der magnetischen Kraft zwischen einer magnetischen Spitze, die auf einen ultrasensitiven Cantilever aufgeklebt ist, und dem sich im Substrat befindlichen Spin der ungepaarten Elektronen.

Durch Anlegen eines homogenen statischen Magnetfeldes  $\vec{B}_z$  wird der Spin der Elektronen in  $z$ -Richtung polarisiert. Aufgrund des hochfrequenten magnetischen Wechselfeldes der Spule  $\vec{B}_1$ , die senkrecht auf dem statischen Magnetfeld  $\vec{B}_z$  steht, beginnt das magnetische Moment  $\vec{m}$  der Elektronen bzw. der Spin der Elektronen in der Probe um das Magnetfeld  $\vec{B}_z$  mit der Resonanzfrequenz  $\omega$  der Spule zu präzedieren. Die Bewegungsgleichung für die Präzession des Spins um das äussere Magnetfeld  $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$  wird durch die Gleichung

$$\frac{d\vec{L}}{dt} = \vec{m} \times \vec{H} \quad (1.49)$$

beschrieben. Dabei ist  $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} T^2 m/J$  und  $\vec{L}$  ist der Drehimpuls des Elektrons. Für  $\vec{m} = \gamma \vec{L}$  kann die Gleichung (1.49) in die folgende Form gebracht werden.

$$\frac{d\vec{m}}{dt} = \gamma (\vec{m} \times \vec{H}) \quad (1.50)$$

In der Literatur ist es üblich, die Differentialgleichung (1.50) ins rotierende Koordinatensystem zu transformieren und dann zu lösen. Sich hierfür interessierende Leser finden eine ausführliche Herleitung dieses Formalismus in [15]. Durch die Transformation der Differentialgleichung (1.50) ins rotierende Koordinatensystem erhält man die folgende Gleichung.

$$\frac{d\vec{m}}{dt} = \vec{m} \times \gamma \left[ \left( H_z - \frac{\omega}{\gamma} \right) \vec{k} + H_1 \vec{i} \right] = \gamma \vec{m} \times \vec{H}_{eff} \quad (1.51)$$

Dabei sind  $\vec{i}$ ,  $\vec{j}$  und  $\vec{k}$  die Einheitsvektoren im rotierenden Koordinatensystem. Wenn die Larmor-Bedingung

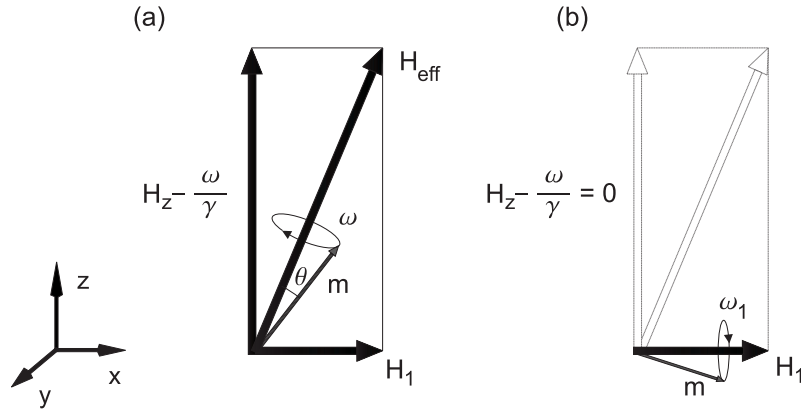
$$H_z = \frac{\omega}{\gamma} \quad (1.52)$$

erfüllt ist, ist das effektive Magnetfeld  $\vec{H}_{eff} = \vec{H}_1$ . In diesem Fall präzediert das magnetische Moment  $\vec{m}$  des Elektrons mit der Rabi-Frequenz  $\omega_1 = \gamma H_1$  um das Magnetfeld  $\vec{H}_1$  der Spule. In Abbildung 1.31 ist die Präzessionsbewegung des magnetischen Moments  $\vec{m}$  eines Elektrons um das effektive Magnetfeld  $\vec{H}_{eff}$  im rotierenden Koordinatensystem im Resonanzfall und Nicht-Resonanzfall (Off-Resonance) schematisch dargestellt.

### 1.12.1 Die adiabatische Bedingung

Im vorherigen Abschnitt haben wir die Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment eines Elektrons und einem statischen Magnetfeld im rotierenden Koordinatensystem betrachtet.

In der Magnetoresonanz-Mikroskopie ist es aber üblich, dass das effektive Magnetfeld  $\vec{H}_{eff}$  bzw. das statische Magnetfeld  $\vec{H}_z$  etwas oberhalb bzw. unterhalb des aus der Larmor-Bedingung resultierenden Magnetfeldes gewählt wird.



**Abbildung 1.31:** Darstellung der Präzessionsbewegung des magnetischen Moments  $\vec{m}$  eines Elektrons um das effektive Magnetfeld  $\vec{B}_{eff}$  im Nicht-Resonanzfall (a) und im Resonanzfall (b) im rotierenden Koordinatensystem.

Durch den Feldgradienten  $\vec{G}$  der schwingenden magnetischen Spitze des Cantilevers wird die Larmor-Resonanzbedingung im Resonanzbereich erfüllt. Befinden sich die zuvor durch das statische Magnetfeld  $\vec{H}_z$  polarisierten Elektronen im Resonanzbereich, so wird ihr Spin synchron mit der Cantileverschwingung entlang des effektiven Magnetfeldes  $\vec{H}_{eff}$  invertiert, wenn die adiabatische Bedingung

$$\left| \frac{d\vec{H}_{eff}}{dt} \right| \ll \gamma \vec{H}_{eff} \quad (1.53)$$

erfüllt ist [15, 39]. Die adiabatische Bedingung beinhaltet, dass die zeitliche Änderung des effektiven Magnetfeldes  $\vec{H}_{eff}$  langsam sein muss damit der Spin der Elektronen dem effektiven Magnetfeld  $\vec{H}_{eff}$  folgen kann. Im nichtrotierenden Koordinatensystem ist die adiabatische Bedingung durch

$$\left| \frac{d\vec{B}}{dt} \right| \ll \gamma \vec{B}_1^2 \quad (1.54)$$

beschrieben [40]. Mit  $B = B_z + B_c$ , wobei  $B_c = B_c^0 \cos(\omega t)$  das Magnetfeld des Cantilevers ist. Damit kann die adiabatische Bedingung in folgende Form gebracht werden.

$$\omega \ll |\gamma B_1| \quad \text{bzw.} \quad \omega B_c^0 \ll \gamma B_1^2 \quad (1.55)$$

Damit die adiabatische Bedingung bei vorgegebener Resonanzfrequenz  $\omega = 2\pi f_0$  des Cantilevers erfüllt wird, muss das Magnetfeld der Spule in der Größenordnung von einigen Gauss sein. Die adiabatische Bedingung spielt bei der Magnetoresonanz-Spektroskopie, wie bei ESR, NMR und vor allem auch bei MRFM, eine entscheidende Rolle und ist eine wichtige Voraussetzung für die Beobachtung bzw. Messung der Magnetoresonanz-Phänomene.

### 1.13 ESR-Messung

Als diese ESR-Messung im Februar 2005 durchgeführt wurde, stand das iOSCAR-Protokoll noch nicht zur Verfügung. Die ESR-Messungen, die im Folgenden diskutiert werden, wurden mit einem RF-Puls, der an die Cantileverposition phasenkohärent gekoppelt war, durchgeführt. Abgesehen davon wurde die Leistungsfähigkeit einiger Geräte untersucht. Hierbei wäre, die Amplitudenregelung des Cantilevers mit dem FM-Detektor zu erwähnen. Es wurde auch untersucht, wie weit man den Cantilever der Probe annähern kann, ohne dass der Selbstoszillationsmechanismus des Cantilevers zusammenbricht.

Die ESR-Messung wurde mit dem IBM-Cantilever bei einer Temperatur  $T = 6.7 \text{ K}$  unter UHV-Bedingung an einem mit  $300 \text{ kGy}$  bestrahlten Quarz mit der Konzentration  $10^{17} - 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  ungepaarter Elektronen im Tieftemperatur MRFM-Mikroskop durchgeführt. Bei diesen Messungen betrug der Abstand zwischen Cantilever und Probe zwischen  $250 \text{ nm} - 600 \text{ nm}$ . Als Cantilever wurde der IBM-Cantilever mit der Kraftsensitivität im Attonewtonbereich eingesetzt [10]. Ziel dieser Messung, war die Messung der Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment  $\vec{m}_c$  der Spitze und dem Spin der Elektronen, die sich im Resonanzbereich befinden.

Das MRFM-Mikroskop befindet sich in einem statischen und homogenen Magnetfeld  $B_z$  in  $z$ -Richtung, das je nach Wahl der Stromrichtung in der supraleitenden Magnetspule parallel bzw. antiparallel zur Magnetisierung der magnetischen Spitze des Cantilevers gewählt werden kann. Durch das homogene Magnetfeld  $B_z$  werden im Substrat die Spins der Elektronen polarisiert.

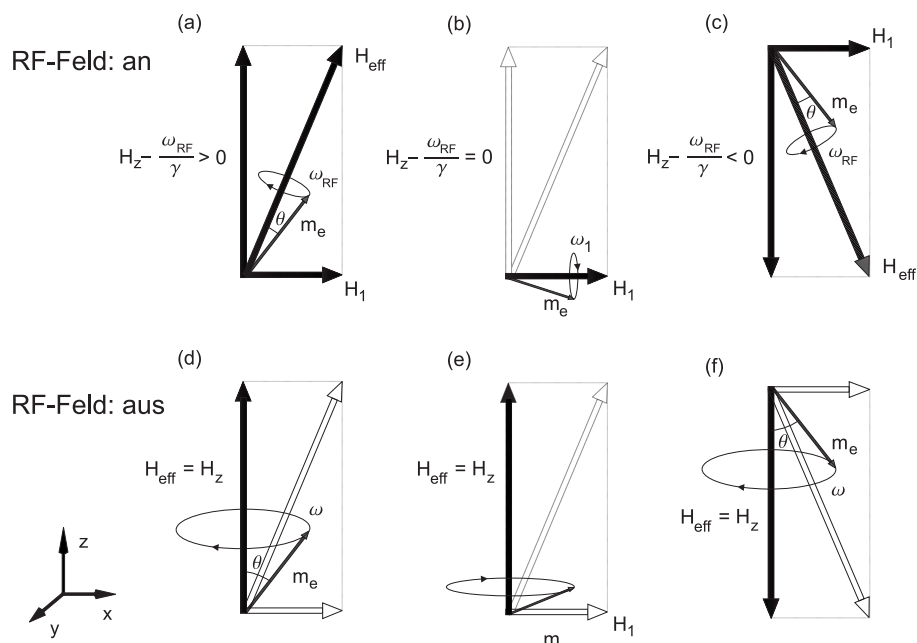
Nachdem Einschalten des Magnetfeldes  $H_1$  der RF-Spule beginnen die Spin der Elektronen um das effektive Magnetfeld  $H_{eff}$  im rotierenden Koordinatensystem zu präzedieren. In Abbildung 1.32 sind drei der möglichen Fälle für die Präzessionsbewegung des magnetischen Moments  $\vec{m}_e$  des Elektrons um das effektive Magnetfeld im rotierenden Koordinatensystem skizziert. In den Grafen (a) und (b) ist das Magnetfeld  $B_z$  bzw.  $H_z$  grösser gewählt, als die Larmor-Bedingung es erfordert bei ein- und ausgeschaltetem RF-Feld der Spule. In den Grafen (b) und (e) erfüllt das Magnetfeld die Larmor-Bedingung bei ein- und ausgeschaltetem RF-Feld der Spule. In den Grafen (c) und (f) ist das Magnetfeld  $H_z$  kleiner gewählt als die Larmor-Bedingung es erfordert bei ein- und ausgeschaltetem RF-Feld der Spule.

Das hochfrequente RF-Magnetfeld  $B_1$  der Spule, die in unmittelbarer Nähe der Probe montiert ist, wird zyklisch ein- bzw. ausgeschaltet. Das statische Magnetfeld  $B_z$  wird so eingestellt, dass die Larmor-Bedingung

$$\omega_{RF} = \gamma \cdot [B_z + B_c(r)] = \gamma \cdot B(r) \quad (1.56)$$

erfüllt ist. Für die Resonanzfrequenz der RF-Spule  $f_{RF} = \omega_{RF}/2\pi = 1.49 \text{ GHz}$  ist für die Erfüllung der Larmor-Bedingung ein Magnetfeld  $B_z = 532.3 \text{ G}$  erforderlich.

Bei der ESR-Messung wurde das statische Magnetfeld  $B_z$  bei einem Magnetfeld  $B_z = 0 \text{ G}$  gestartet und in  $-100 \text{ G}$ -Schritten auf  $-1050 \text{ G}$  hochgefahren. Hierbei wurde bei jedem Schritt die Resonanzfrequenz des Cantilevers mit



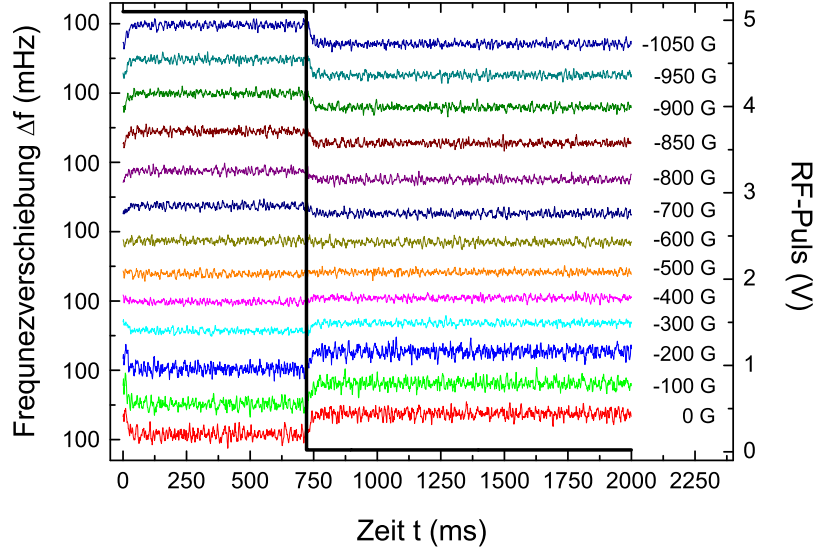
**Abbildung 1.32:** Die Präzessionsbewegung des magnetischen Moments des Elektrons um das effektive Magnetfeld  $H_{eff}$  bei eingeschaltetem RF-Feld der Spule ((a), (b) und (c)) und bei ausgeschaltetem RF-Feld ((d), (e) und (f)) der Spule im rotierenden Koordinatensystem. Dabei ist  $H_z$  das statische und  $H_1$  das hochfrequente Magnetfeld der Spule.

einem hierfür entwickelten Computerprogramm 1000-mal gemessen und gemittelt. Die Pulsperiode betrug 2000 ms und die Pulslänge 720 ms. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 1.33 dargestellt.

In dieser Abbildung ist eindeutig erkennbar, dass der Cantilever bei Magnetfeldern unterhalb des für die Larmor-Bedingung erforderlichen Magnetfeldes  $B = 532.3 \text{ G}$  während der Einschaltphase der RF-Spule eine negative Frequenzverschiebung  $\Delta f < 0$  erfährt. Mit steigendem Magnetfeld  $B_z$  nimmt die Frequenzverschiebung des Cantilevers ab. In der Umgebung der Larmor-Resonanzbedingung erfährt der Cantilever keine Frequenzverschiebung  $\Delta f = 0$ . Erst bei grösseren Magnetfeldern jenseits der Larmor-Bedingung kommt die Frequenzverschiebung wieder zum Vorschein, allerdings ist die Frequenzverschiebung  $\Delta f > 0$ .

Diese Messung wurde bei verschiedenen Magnetfeldern, sowohl in der Umgebung, als auch fern von der Larmor-Resonanzbedingung durchgeführt. Das Phänomen der Änderung des Vorzeichens der Frequenzverschiebung, die wir in Abbildung 1.33 beobachtet haben, konnte nur bei Magnetfeldern in der Nähe der Larmor-Resonanzbedingung gemessen werden. In Abbildung 1.34 ist die Frequenzverschiebung des Cantilevers in Abhängigkeit des Magnetfeldes all dieser Messungen zusammengefasst.

Nun versuchen wir an Hand der Abbildung 1.32 die drei möglichen Präzessionsbewegungen des Spins der Elektronen um das effektive Magnetfeld  $H_{eff}$  im rotierenden Koordinatensystem zu diskutieren.

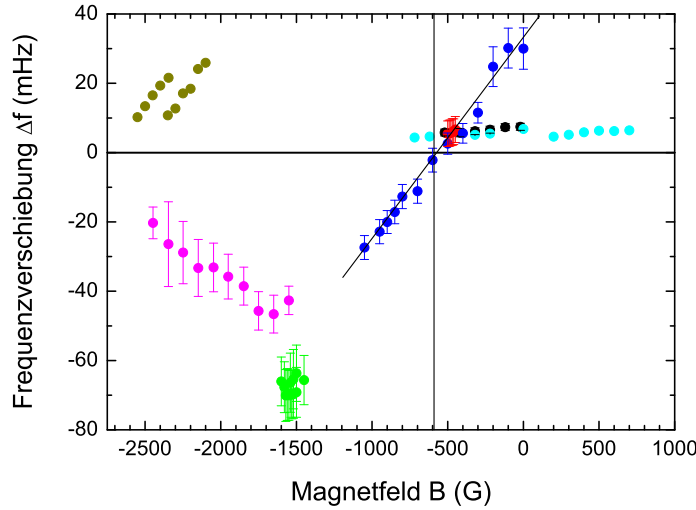


**Abbildung 1.33:** Messung der Frequenzverschiebung des Cantilevers in Abhängigkeit des äusseren Magnetfeldes  $B_z$ . Die RF-Pulsperiode bzw. RF-Pulslänge betrug bei dieser Messung 2000 ms bzw. 720 ms.

- $H_z > \omega_{RF}/\gamma$  : Dieser Fall ist im Grafen (a) und (d) skizziert. Graf (a) zeigt die Präzessionsbewegung eines Elektrons um das effektive Magnetfeld  $H_{eff}$  bei eingeschaltetem und im Grafen (d) um das effektive Magnetfeld  $H_{eff} = H_z$  bei ausgeschaltetem RF-Feld  $H_1$  der Spule. Aufgrund der Drehimpulserhaltung präzediert der Spin des Elektrons um das statische Magnetfeld  $H_z$  [15, 39]. Da in diesem Fall das RF-Feld phasenkohärent mit dem Cantileversignal ein- und ausgeschaltet wird, wird die Spinrichtung der Elektronen nicht invertiert. Deshalb liegt die Vermutung nahe, dass die Ursache für die Frequenzverschiebung des Cantilevers nicht die Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Moment der Elektronen mit dem magnetischen Moment der Elektronen in der Probe ist.
- $H_z = \omega_{RF}/\gamma$  : Dieser Fall ist im Grafen (b) und (e) skizziert. Graf (b) zeigt die Präzessionsbewegung eines Elektrons um das effektive Magnetfeld  $H_{eff} = H_1$  bei eingeschaltetem und im Grafen (e) um das effektive Magnetfeld  $H_{eff} = H_z$  bei ausgeschaltetem RF-Feld  $H_1$  der Spule. Bei eingeschaltetem RF-Feld  $H_1$  präzediert der Spin des Elektrons mit der Rabi-Frequenz  $\omega_1$  um das RF-Feld  $H_1$  der Spule [41]. Die Rabi-Frequenz beträgt etwa 8.4 MHz [42]. In diesem Fall wird keine Frequenzverschiebung  $\Delta f$  des Cantilevers gemessen.
- $H_z < \omega_{RF}/\gamma$  : Dieser Fall ist analog zu  $H_z > \omega_{RF}/\gamma$ .

In der darauffolgenden Messreihe wurde, um die elektrostatischen Effekte





**Abbildung 1.34:** Messung der Frequenzverschiebung des Cantilevers in Abhängigkeit des äusseren Magnetfeldes  $B_z$  aller Untersuchungen dieser Messserie zusammengefasst. Bei den blauen Messpunkten handelt es sich um die Messung, die aus Abbildung 1.33 schon bekannt sind.

zu eliminieren, das Differenzsignal der aufeinanderfolgenden Pulse gemessen. In diesem Fall konnte keine Frequenzverschiebung des Cantilevers gemessen werden [21].

Rugar et al. schlagen für die Messung des Spins eines einzelnen Elektrons das iOSCAR-Protokoll vor. Im iOSCAR-Protokoll wird die Pulslänge gleich einer Vielfachen der Cantileverperiode gewählt. Das raffinierte an diesem iOSCAR-Protokoll sind die alternierenden Phasen 0 und  $\pi$  zwischen den aufeinander folgenden RF-Pulssignalen und dem Cantileversignal. Die alternierende Phase wird durch Unterbrechung des RF-Signals für eine Halbe Periode der Cantileverschwingung generiert [6]. Der resonant angeregte Cantilever schwingt über die Probe und damit der Resonanzbereich auch. Befindet sich nun ein Elektron im Resonanzbereich, so wird dessen Spin durch die Wechselwirkung mit der magnetischen Spitze des Cantilevers synchron mit der Cantileverbewegung invertiert. Durch diese Wechselwirkung wirkt jenach Phase zwischen der Cantileveroszillation und der  $z$ -Komponente des Spins  $m_z$  des ungepaarten Elektrons in der Probe eine alternierende magnetische Kraft auf den Cantilever (1.7). Durch diese Kraft erfährt der Cantilever eine Frequenzverschiebung  $\Delta f$ , die durch die Gleichung

$$\Delta f = \pm \frac{2f_0 G \mu_B}{\pi k A} \quad (1.57)$$

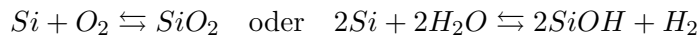
gegeben ist [14, 43].



## Kapitel 2

# Optimierung der Kraftsensitivität

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse des Temperns, das an verschiedenen Cantilevern vorgenommen wurde, vorgestellt. Wie im vorherigen Kapitel erwähnt, bestehen die Cantilever aus n-dotiertem Silizium ( $Si$ ). Aus der Literatur ist bekannt, dass sich unter atmosphärischen Bedingungen an der Oberfläche des Siliziums insbesondere Sauerstoff (Oxidschicht) bzw. Wasser ( $H_2O$ ) anlagert.



Bei besonders sensitiven Cantilevern kann diese Oxidschicht bzw. Wasserschicht die mechanischen Eigenschaften des Cantilevers, wie Güte oder Sensitivität, welche für unsere Anwendung von entscheidender Bedeutung sind, beeinträchtigen. Um die mechanischen Eigenschaften, wie z. B. die Güte oder die Kraftsensitivität des Cantilevers zu verbessern, wurden einige Cantilever in der Präparationskammer der MRFM-Anlage unter UHV-Bedingungen getempert.

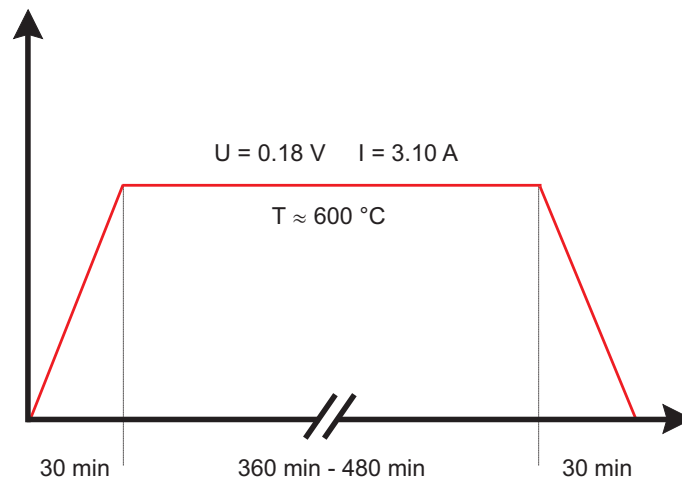
Das Tempern der Cantilever wurde mit einem Elektronenstrahl-Heizer<sup>1</sup>, der sich in der Präparationskammer befindet, unter UHV-Bedingungen vorgenommen. Mit dem E-Beam Heater können Temperaturen bis  $T \approx 1100 \text{ }^\circ\text{C}$  erreicht werden.

Hierfür werden die Cantilever auf einem für sie vorgesehenen Träger aus Molybdän mit Leitsilber fixiert. Mit den linear rotierbaren Manipulatoren wird der Träger in die Präparationskammer eingeschleust und in einem Abstand von etwa einem Zentimeter oberhalb des Filaments des E-Beam-Heaters montiert.

Beim Tempern der Cantilever ist die Wahl der Temperatur-Rampe sehr wichtig. Wir haben verschiedene Temperatur-Rampen getestet. Es hat sich herausgestellt, dass für unsere Anwendung, die in der Abbildung 2.1 dargestellte Temperatur-Rampe am besten geeignet ist. Bei dieser Temperatur-Rampe wird die Spannung bzw. der Strom  $0 \text{ V}$  auf  $0.18 \text{ V}$  bzw.  $0 \text{ A}$  auf  $3.10 \text{ A}$  in 100 Schritten innerhalb 30 Minuten hochgefahren. Die Spannung  $U = 0.18 \text{ V}$  bzw. der Strom  $I = 3.10 \text{ A}$  wird sechs bis acht Stunden konstant gehalten. Dies entspricht

---

<sup>1</sup>E-Beam Heater



**Abbildung 2.1:** Temperatur-Rampe, die beim Tempern der Cantilever gewählt wurde. In 30 Minuten wurde die Spannung  $U = 0.18$  bzw. Strom  $I = 3.10$  A in 100 Schritten hochgefahren. Die Cantilever wurden 6 bis 8 Stunden bei einer Temperatur von etwa  $T \approx 600$  °C getempert. Anschliessend wurde ebenfalls in 30 Minuten die Spannung bzw. der Strom in 100 Schritten heruntergefahren. Die Temperatur-Rampe wurde mit einem hierfür angefertigten Labview-Programm vom Computer gesteuert.

einer Temperatur von  $T \approx 600$  °C. Danach wird die Spannung bzw. der Strom wiederum in 100 Schritten innerhalb von 30 Minuten auf Null zurückgefahren. Der Temperaturverlauf wurde per Computer gesteuert. Alle Cantilever, die in diesem Kapitel beschrieben werden, wurden zum Teil mehrere Male zwischen sechs und acht Stunden mit der Temperaturrampe in Abbildung 2.1 getempert. Bei diesen Untersuchungen wurden die Güte  $Q$ , der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  und die Kraftsensitivität der Cantilever, die im nächsten Abschnitt genauer beschrieben werden, vor und nach dem Tempern untersucht.

## 2.1 Untersuchung der Güte

Es gibt verschiedene Methoden für die Bestimmung der Güte  $Q$  eines freien Cantilevers. Im Folgenden wird auf die zwei wichtigsten Methoden zur Bestimmung der Güte eingegangen, nämlich die Bestimmung der Güte  $Q$  aus

- dem Frequenzspektrum des thermischen Rauschens
- dem Amplitudenzerfall

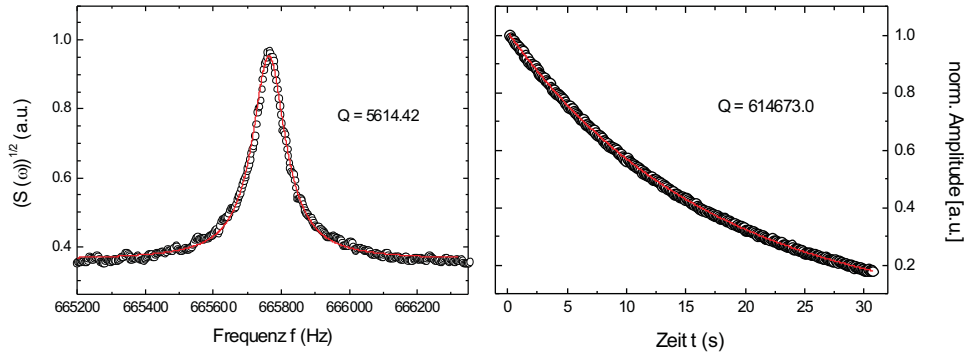
### 2.1.1 Frequenzspektrum des thermischen Rauschens

Bei der Bestimmung der Güte  $Q$  mit dieser Methode wird das Frequenzspektrum des thermischen Rauschens des Cantilevers aufgenommen. Das Frequenz-

spektrum des thermischen Rauschens wird durch die Gleichung

$$S(\omega) = \frac{2k_B T \omega_0^3}{Qk \left( (\omega^2 - \omega_0^2)^2 + \frac{\omega_0^2 \omega^2}{Q^2} \right)} \quad (2.1)$$

beschrieben. Dabei ist  $S(\omega)$  die Frequenzspektrumdichte,  $\omega_0 = 2\pi f_0$  ist die Resonanzfrequenz und  $k$  ist die Federkonstante des Cantilevers. Mit dieser Methode wurden die Güte und das Frequenzspektrum des Cantilevers mit einem Spektrumanalysator gemessen. Dies ist in der Abbildung 2.2 (linkes Bild) dargestellt. Das Frequenzspektrum wurde mit Gleichung (2.1) gefittet und aus den Fitparametern wurde die Güte  $Q = 5614$  des Cantilevers bestimmt.



**Abbildung 2.2:** Bestimmung des Gütefaktors  $Q$  des Cantilevers aus dem Frequenzspektrum des thermischen Rauschens nach Gleichung (2.1) und Bestimmung der Güte nach der Methode des Amplitudenzerfalls nach Gleichung (2.5).

### 2.1.2 Amplitudenzerfall

Für die Untersuchung von Cantilevern hoher Güte ist die Methode des Amplitudenzerfalls<sup>2</sup> am besten geeignet. Bei dieser Methode wird der Cantilever resonant angeregt. Um die Güte  $Q$  zu bestimmen, wird die Anregung des Cantilevers abrupt gestoppt und die Amplitude des Cantileversignals in Abhängigkeit der Zeit aufgenommen. Die Bewegung des Cantilevers ohne äussere Anregung wird durch die Differentialgleichung des gedämpften harmonischen Oszillators beschrieben.

$$m\ddot{x} + \Gamma\dot{x} + kx = 0 \quad (2.2)$$

Dabei ist  $\Gamma$  der Reibungskoeffizient,  $m$  die effektive Masse und  $k$  die Federkonstante des Cantilevers. Durch die sogenannte harmonische Transformation  $\beta = \frac{\Gamma}{2m}$  und  $\omega_0^2 = \frac{k}{m}$  lässt sich die Gleichung (2.2) wie folgt darstellen.

$$\ddot{x} + 2\beta\dot{x} + \omega_0^2 x = 0 \quad (2.3)$$

---

<sup>2</sup>Ring-Down-Method

Die Lösung dieser Differentialgleichung lautet:

$$x(t) = A_0 \cdot e^{-\beta t \pm \sqrt{\beta^2 - \omega_0^2} t} \quad (2.4)$$

Die zeitabhängige Signalamplitude  $A(t)$  wird mit  $\beta = \frac{\pi f_0}{Q}$  durch die Gleichung

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\frac{\pi f_0}{Q} t} \quad (2.5)$$

beschrieben. Mit der Methode des Amplitudenzerfalls wurde die Zerfallszeit<sup>3</sup>  $\tau = 1/\beta$  gemessen und daraus die Güte  $Q$  bzw. der Reibungskoeffizient

$$\Gamma = \frac{2\pi f_0 m}{Q} \quad (2.6)$$

und schliesslich die Kraftsensitivitäten aller Cantilever vor und nach dem Tempern in der Präparationskammer unter UHV-Bedingungen berechnet.

## 2.2 Experimentelle Anordnung

Für die Bestimmung der Güte  $Q$  der Cantilever wurde die Versuchsanordnung in Abbildung 2.3 verwendet. Bei dieser Messung wird die Lichtzeigermethode, die in Kapitel 1 genau beschrieben wurde, angewendet. Der vom Cantilever reflektierte Laserstrahl wird von einem 4Q-Detektor detektiert. Das detektierte Signal wird mit einem Bandpass-Filter gefiltert und anschliessend in die COCA<sup>4</sup> eingespeist. Bei der COCA handelt es sich um eine Rückkopplungsschleife<sup>5</sup>, mit der der Cantilever mit konstanter Amplitude angeregt wird. Die COCA detektiert die Frequenz des Cantilevers und regt diesen mit dieser Frequenz über ein Piezoelement (Dickenschwinger) selbstoszillierend an. Parallel dazu wird das Cantileversignal in einen Lock-In-Verstärker und einen Frequenzzähler eingespeist. Bei der Methode des Amplitudenzerfalls wird das Anregungssignal des Cantilevers computergesteuert abrupt unterbrochen und der zeitliche Verlauf des Cantileversignals aufgezeichnet. Hierfür ist ein Shutter vorgesehen, der mit einem TTL-Signal computergesteuert geschlossen und nach dem Zerfall der Amplitude wieder geöffnet werden kann. Die COCA ist bei entsprechender Einstellung in der Lage, die Resonanzfrequenz des Cantilevers wieder zu finden, obwohl das Cantileversignal vollkommen abgeklungen ist. Dadurch ist es möglich, den Zerfall des Cantileversignals bzw. die Güte des Cantilevers beliebig oft über längere Zeit zu messen.

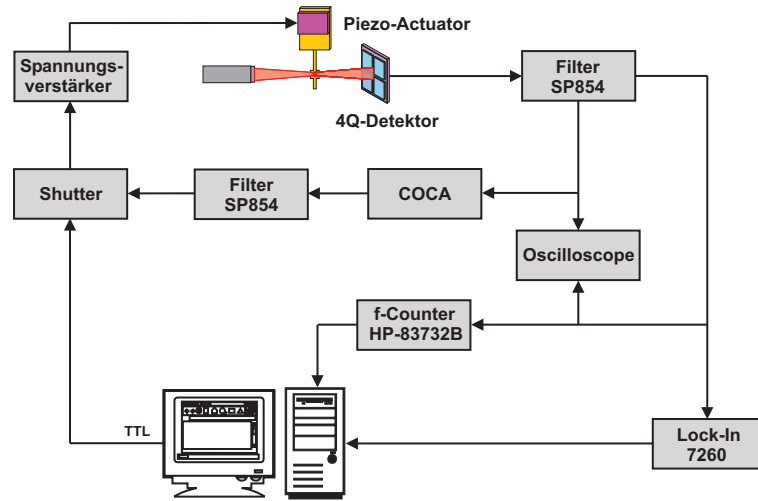
In diesem Zusammenhang muss erwähnt werden, dass sich die Einstellung der COCA insbesondere der Phase des Anregungssignals zum Cantileversignal bei Cantilevern hoher Güten als sehr schwierig gestaltet. Wenn die Einstellung der Phase nicht gelungen ist, verliert die COCA nach einigen Zerfallszyklen die Resonanzfrequenz des Cantilevers und damit bricht auch die Selbstoszillation zusammen. Für den Selbstoszillationmechnismus wurde ein Computerprogramm in Labview angefertigt, mit dem die Amplitudenzerfallsmessungen durchgeführt wurden.

---

<sup>3</sup>Decay Time

<sup>4</sup>Cantilever Oscillation Control Amplifier

<sup>5</sup>Feedback Loop



**Abbildung 2.3:** Messanordnung für die Amplitudenzerfallsmessung. Das mit einem Vierquadranten-Detektor (4Q) detektierte Cantileversignal wird in die COCA (Cantilever Oscillation-Control Amplifier) eingespeist, die wiederum ein Signal mit der Resonanzfrequenz des Cantilevers generiert. Das COCA-Anregungssignal wird gefiltert und mit einem Verstärker verstärkt. Mit diesem Signal wird der Cantilever selbstoszillierend angeregt. Darüberhinaus wird für die Messung des Signals und der Resonanzfrequenz des Cantilevers das Signal in einen Lock-In-Verstärker bzw. einen Frequenzzähler eingespeist und vom Computer mit einem hierfür geschriebenem Labview-Programm ausgelesen.

## 2.3 Amplitudenzerfallsmessung

Für den Temperprozess wurden verschiedene Silizium-Cantilever<sup>6</sup> benutzt. Die SEM<sup>7</sup>-Aufnahmen dieser Cantilever sind in Abbildung 2.4 und die Dimensionen dieser Cantilever sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

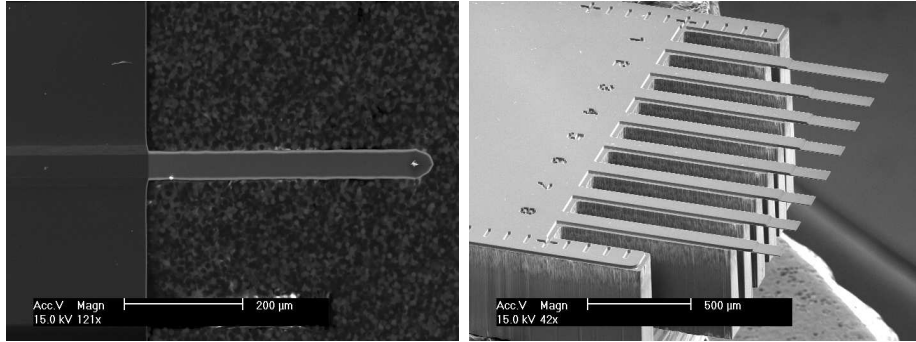
	Wolter	HP-1	HP-2	HP-3
Länge $l$ ( $\mu m$ )	449	500	315	249
Breite $w$ ( $\mu m$ )	47	100	100	100
Dicke $t$ ( $\mu m$ )	1.6 – 2.2	3.5 – 4.5	3.5 – 4.5	3.5 – 4.5
Resonanzfrequenz $f$ (kHz)	9 – 14	22 – 27	59 – 64	95 – 99
Federkonstante $k$ (N/m)	0.09 – 0.25	2.5 – 3.5	12 – 14	20 – 25

**Tabelle 2.1:** Die Dimensionen, die Resonanzfrequenz  $f$  und die Federkonstante  $k$  der Cantilever, die beim Temperprozess benutzt wurden.

Bei der Amplitudenzerfallsmessung wird das Anregungssignal des mit der COCA selbstoszillierend angeregten Cantilevers mit dem Shutter abrupt unterbrochen und anschliessend wird das Zerfallssignal aufgenommen. In Abbil-

<sup>6</sup>Nanosensores Pointprobe

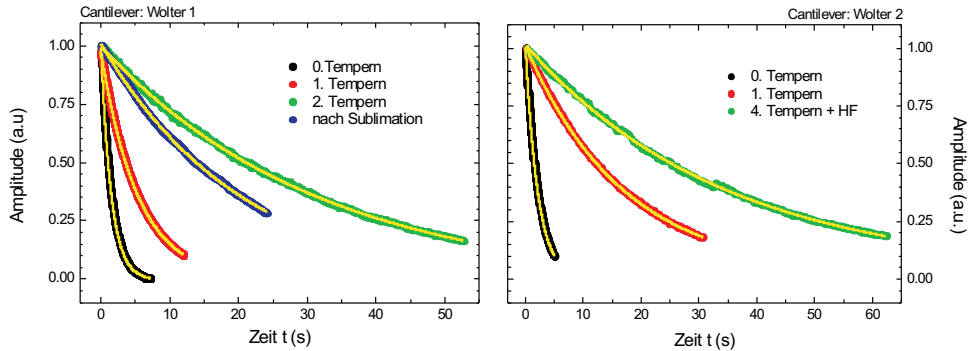
<sup>7</sup>englisch: Scanning Electron Microscopy



**Abbildung 2.4:** SEM-Bilder der Cantilevertypen, die beim Temperprozess benutzt wurden. Die Dimensionen dieser Cantilever sind in der Tabelle 2.1 zusammengefasst.

dung 2.3 ist der Versuchsaufbau, der bei dieser Messung verwendet wurde, skizziert. Nach dem Zerfall des Cantileversignals wird der Shutter computergesteuert geöffnet. Nun wird der Cantilever wieder mit der COCA selbstoszillierend angeregt und wieder kann die Amplitudenzerfallsmessung durchgeführt werden.

In Abbildung 2.5 werden die Amplitudenzerfallsmessungen der Cantilever Wolter-1 und Wolter-2 vor und nach dem Tempern repräsentativ dargestellt. Für die Bestimmung der Zerfallszeit wurden die Daten mit der Gleichung (2.5) gefittet und aus dem Fittparameter die Güte  $Q$  bestimmt.



**Abbildung 2.5:** Abklingendes Signal des Cantilevers nach dem abrupten Stoppen des Anregungssignals. Um die Änderung der Güte  $Q$  quantitativ bestimmen zu können, wurde die Amplitudenzerfallsmessung an verschiedenen Cantilevern vor und nach dem Tempern vorgenommen. Bei beiden Cantilevern, die in dieser Abbildung repräsentativ dargestellt werden, ist die Zunahme der Zerfallszeit  $\tau$  nach dem Tempern eindeutig zu sehen. Beide Cantilever wurden zwei Mal mit unterschiedlichen Temperaturrampen getempert. Der Cantilever Wolter-2 wurde allerdings vor dem zweiten Tempern mit einer 10%-tigen HF-Lösung (Flusssäure) geätzt. Für die Bestimmung der Güte  $Q$  der Cantilever wurden die Daten mit der Gleichung (2.5) gefittet (gelbe Linie).

Für die Bestimmung der Zerfallszeit  $\tau$  und der Güte  $Q$  wurde bei allen Cantilevern, die in diesem Kapitel vorgestellt werden, die Amplitudenzerfallsmessung



zwischen 250 und 500 Mal durchgeführt. Aus diesen Messreihen wurden dann der Mittelwert und die Standardabweichung der Zerfallszeit  $\tau$  bestimmt. Aus der Zerfallszeit wurde die Güte  $Q$  des Cantilevers berechnet. Die Ergebnisse dieser Messungen sind für die untersuchten Cantilever in den Tabellen 2.1-2.5 zusammengefasst.

$p$ ( $10^{-9} \text{ mbar}$ )	Tempern (h)	$\tau$ (s)	$Q$ $10^4$	$\Gamma$ ( $10^{-12} \text{ kg/s}$ )	$S$ ( $10^{-16} \text{ N}/\sqrt{Hz}$ )
5.7	nein	$1.50 \pm 0.01$	$6.42 \pm 0.04$	$130.9 \pm 0.87$	$7.25 \pm 0.02$
4.7	6.3	$5.01 \pm 0.28$	$21.94 \pm 1.97$	$39.18 \pm 2.07$	$3.97 \pm 0.11$
2.7	6.0	$30.34 \pm 3.82$	$129.83 \pm 16.35$	$6.46 \pm 0.72$	$1.61 \pm 0.09$
3.6	Sublim.	$20.15 \pm 2.02$	$86.22 \pm 8.64$	$9.74 \pm 0.88$	$1.99 \pm 0.09$

**Tabelle 2.2:** Wolter-1 mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = 13621 \text{ Hz}$ , Messung der Zerfallszeit  $\tau$  und der Güte  $Q$  vor und nach dem Tempern. Bei diesem Cantilever wird die Güte durch Tempern um den Faktor 20 erhöht. Für diesen Cantilever beträgt die Kraftsensitivität  $S = 1.61 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{Hz}$  bei Raumtemperatur. Nach Inbetriebnahme der Sublimation der Ionenpumpe nimmt die Zerfallszeit  $\tau$  um etwa 10 s ab und somit fällt die Kraftsensitivität  $S = 1.99 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{Hz}$  zurück.

Der Cantilever Wolter-1 (Tabelle 2.2) mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = 13621 \text{ Hz}$  hatte eine Zerfallszeit  $\tau = 1.5 \text{ s}$  und eine Güte  $Q = 64200$  vor dem Tempern. Die Messkurve dieses Cantilevers ist in der Abbildung 2.5 (linkes Bild) repräsentativ dargestellt. Bei einem Druck  $p = 4.7 \times 10^{-9} \text{ mbar}$  wurde dieser Cantilever mit der Temperaturrampe, die in der Abbildung 2.1 dargestellt ist, 6.3 Stunden getempert. Anschliessend ergaben die Amplitudenzerfallsmessungen eine um einen Faktor von mehr als drei grössere Zerfallszeit  $\tau = 5.01 \text{ s}$  (Abbildung 2.5, linkes Bild), eine Güte  $Q = 219400$  und eine Kraftsensitivität  $S = 1.61 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{Hz}$ . Unmittelbar nach dieser Messung wurde die Sublimation der Ionenpumpe in Betrieb genommen, um den Druck in der Präparationskammer zu regulieren. Danach wurde die Amplitudenzerfallsmessung an dem selben Cantilever nochmals vorgenommen. Das Ergebnis dieser Messung ist in der Abbildung 2.5 zu sehen. Es wurde eine um etwa 10 s kürzere Zerfallszeit  $\tau = 20.15 \text{ s}$  gemessen. Dadurch nahm die Güte  $Q$  ebenfalls um einen Faktor 1.5 ab (linkes Bild, blaue Kurve).

Der Cantilever Wolter-2 (Tabelle 2.3) mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = 11460 \text{ Hz}$  hatte vor dem Tempern eine Zerfallszeit  $\tau = 2.19 \text{ s}$  und damit eine Güte  $Q = 78800$ . Die Messkurven dieses Cantilevers sind in der Abbildung 2.5 (rechtes Bild) dargestellt. Der Cantilever wurde drei Mal hintereinander mit der gleichen Temperaturrampe jeweils für die Dauer von jeweils sechs Stunden getempert. Damit konnte nach dem ersten Tempern die Zerfallszeit auf  $\tau = 17.34$  erhöht werden. Als der Cantilever zum zweiten und dritten Mal getempert wurde, konnte keine wesentliche Verbesserung der Cantilevereigenschaften festgestellt werden. Vor dem vierten Temperprozess wurde der Cantilever aus der Präparationskammer herausgenommen und unter atmosphärischen Bedingungen mit 10%-tiger HF-Lösung (Flusssäure) in destilliertem Wasser für die Dauer von einer Minute geätzt. Unmittelbar nach dem Ätzprozess wurde

$p$ ( $10^{-9} \text{ mbar}$ )	Tempern ( $h$ )	$\tau$ ( $s$ )	$Q$ $10^4$	$\Gamma$ ( $10^{-12} \text{ kg/s}$ )	$S$ ( $10^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$ )
1.5	nein	$2.19 \pm 0.01$	$7.88 \pm 0.03$	$89.63 \pm 0.41$	$5.51 \pm 0.01$
1.6	6.0	$17.34 \pm 1.61$	$62.43 \pm 5.80$	$9.52 \pm 0.81$	$1.96 \pm 0.09$
1.6	6.0	$17.59 \pm 1.98$	$63.33 \pm 7.13$	$9.39 \pm 0.95$	$1.94 \pm 0.10$
1.3	6.0	$17.07 \pm 0.57$	$61.46 \pm 2.05$	$9.67 \pm 0.31$	$1.97 \pm 0.03$
4.5	5.5+HF	$34.43 \pm 3.82$	$123.96 \pm 13.75$	$4.80 \pm 0.148$	$1.39 \pm 0.07$

**Tabelle 2.3:** Wolter-2 mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = 11460 \text{ Hz}$ , Messung der Zerfallszeit  $\tau$  und der Güte  $Q$  vor und nach dem Tempern. Nach dem Tempern nimmt die Güte  $Q$  des Cantilevers um etwa eine Größenordnung zu. Insgesamt wurde dieser Cantilever dreimal getempert. Die Güte und die Kraftsensitivität des Cantilevers blieb unverändert. Anschliessend wurde dieser Cantilever unter atmosphärischen Bedingungen mit 10%-Flusssäure (HF) geätzt. Danach wurde der Cantilever wieder getempert und die Amplitudenzerfallsmessung durchgeführt. Dadurch konnte die Güte des Cantilevers um einen Faktor 15 erhöht werden.

der Cantilever in die Präparationskammer eingeschleust und zum vierten Mal für die Dauer von 5.5 Stunden getempert. Danach wurde nochmal die Amplitudenzerfallsmessung durchgeführt. Bei dieser Messreihe konnte eine mittlere Zerfallszeit  $\tau = 34.43 \text{ s}$ , eine Güte  $Q = 1239600$  und schliesslich eine Kraftsensitivität  $S = 1.39 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$  bei Raumtemperatur gemessen werden (grüne Kurve).

Cantilever	HP-1	HP-2	HP-3
$f_0 \text{ (Hz)}$	24380	61288	97430
Tempern ( $h$ )	5.3	5.3	5.3
$p \text{ (} 10^{-9} \text{ mbar)}$	4.7	4.7	4.7
$\tau \text{ (s)}$	$4.84 \pm 0.02$	$0.91 \pm 0.01$	$0.03 \pm 0.00$
$Q \text{ (} 10^4 \text{)}$	$37.07 \pm 0.15$	$17.52 \pm 0.19$	$0.92 \pm 0.01$
$\Gamma \text{ (} 10^{-10} \text{ kg/s)}$	$1.34 \pm 0.01$	$11.34 \pm 0.12$	$169.82 \pm 0.02$
$S \text{ (} 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}} \text{)}$	$9.26 \pm 0.02$	$16.93 \pm 0.09$	$82.63 \pm 10.27$

**Tabelle 2.4:** Messung der Zerfallszeit  $\tau$  und der Güte  $Q$  der Cantilever HP-1, HP-2 und HP-3 nach dem ersten Tempern.

Die Cantilever HP-1, HP-2 und HP-3 wurden wie der Cantilever Wolter-2 ebenfalls für die Dauer von 5.3 Stunden bei einem Druck  $p = 4.7 \times 10^{-9}$  getempert (Tabelle 2.4). Diese Cantilever wurden ein zweites Mal für die Dauer von acht Stunden getempert. Wie bei allen anderen Cantilevern auch, wurde bei diesen Cantilevern die Temperaturrampe (Abbildung 2.1), verwendet (Tabelle 2.5)

Gegenüber dem ersten Temperprozess konnte die Zerfallszeit bei Cantilever HP-1 von  $\tau = 4.84 \text{ s}$  auf  $\tau = 9.47 \text{ s}$  und bei HP-2 von  $\tau = 0.91 \text{ s}$  auf  $\tau = 1.35 \text{ s}$  erhöht werden. Dies entspricht bei HP-1 einer Verdopplung der Güte auf  $Q = 725300$  bzw.  $S = 6.62 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$  und bei HP-2 einer Erhöhung der

Cantilever	HP-1	HP-2
$f_0$ (Hz)	24380	61288
Tempern (h)	8.0	8.0
$p$ ( $10^{-10}$ mbar)	9.2	9.2
$\tau$ (s)	$9.47 \pm 0.01$	$1.35 \pm 0.01$
$Q$ ( $10^4$ )	$72.53 \pm 0.77$	$25.99 \pm 0.19$
$\Gamma$ ( $10^{-10}$ kg/s)	$1.09 \pm 0.01$	$4.81 \pm 0.03$
$S$ ( $10^{-16}$ N/ $\sqrt{\text{Hz}}$ )	$6.62 \pm 0.01$	$13.90 \pm 0.05$

**Tabelle 2.5:** Messung der Zerfallszeit  $\tau$  und der Güte  $Q$  von HP-1 und HP-2 nach dem zweiten Tempern. Die Güte  $Q$  des Cantilevers wurde nach dem zweiten Temperprozess um einen Faktor zwei verbessert. Damit wurde die Kraftsensitivität auf  $S = 6.62 \times 10^{-16}$  N/ $\sqrt{\text{Hz}}$  bei Raumtemperatur reduziert.

Cantilever	HP-1	HP-2
$p$ ( $10^{-9}$ mbar)	1.2	1.2
$\tau$ (s)	$8.45 \pm 0.04$	$1.45 \pm 0.01$
$Q$ ( $10^4$ )	$64.72 \pm 0.31$	$27.92 \pm 0.19$
$\Gamma$ ( $10^{-10}$ kg/s)	$1.22 \pm 0.01$	$4.47 \pm 0.03$
$S$ ( $10^{-16}$ N/ $\sqrt{\text{Hz}}$ )	$7.01 \pm 0.02$	$13.41 \pm 0.05$

**Tabelle 2.6:** Messung der Zerfallszeit  $\tau$  der Cantilever HP-1 und HP-2 nach dem Einlass von Wasserdampf in die Präparationskammer. Die Zerfallszeit  $\tau$  und die Güte  $Q$  und somit  $\Gamma$  bzw.  $S$  ändern sich im Rahmen der Messfehler nicht wesentlich.

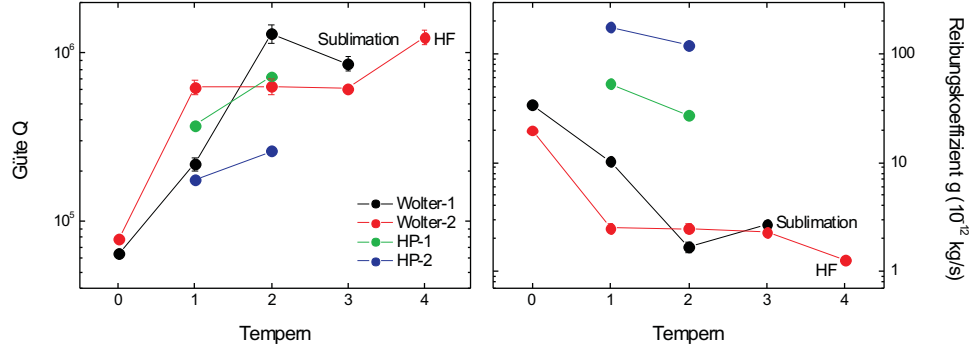
Güte um einen Faktor 1.5 auf  $Q = 259900$  bzw.  $S = 13.90 \times 10^{-16}$  N/ $\sqrt{\text{Hz}}$  bei Raumtemperatur.

## 2.4 Oxidschicht auf Silizium

Es gibt verschiedene Forschungsgruppen, die die Bildung von Oxidschichten bzw. den Oxidationsmechanismus auf Silizium untersuchen [44, 45, 46, 47, 48]. Die isolierende Oxidschicht auf Siliziumsubstrat ist für die Bildung mikroelektronischer Schaltungen von besonderer Bedeutung. Eine genaue Untersuchung der Bildung von Oxidschichten sprengt den Rahmen dieser Arbeit, deshalb werden ausschliesslich Prozesse, die in erster Linie für den Temperprozess der Cantilever interessant sind, betrachtet.

An der Bildung der Oxidationsschicht auf Silizium  $Si$  sind hauptsächlich Sauerstoff  $O$  und Wasserstoff  $H$  beteiligt [49]. Die Oxidschicht, die im Wesentlichen aus Siliziumoxid ( $SiO_2$ ) besteht, wächst in Gegenwart von Wasser ( $H_2O$ ) viel schneller, als in Gegenwart von trockenem Sauerstoff ( $O_2$ ) [50]. STM<sup>8</sup>-Untersuchungen zeigen, dass die adsorbierenden Wassermoleküle die Silizium-

<sup>8</sup>englisch: Scanning Tunnelling Microscopy



**Abbildung 2.6:** Zusammenfassung der Güten  $Q$  und der Reibungskoeffizienten  $\Gamma$  vor und nach dem Tempern aller Cantilever, die in diesem Kapitel beschrieben werden. Es ist eindeutig zu sehen, dass die Güten  $Q$  und somit auch die Reibungskoeffizienten  $\Gamma$  um mindestens eine Größenordnung verbessert wurden.

Oberfläche nicht einheitlich bedecken, sondern sich Wasserfragmente auf der Siliziumoberfläche bilden [51, 52]. Spektroskopische Infrarot-Untersuchungen (IR<sup>9</sup>) zeigen, dass 0.5 ML<sup>10</sup> Oxidschicht ausreichen, um die Siliziumoberfläche zu sättigen [53].

Die Oxidschicht auf der Siliziumoberfläche besteht hauptsächlich aus vier chemischen Verbindungen, nämlich:

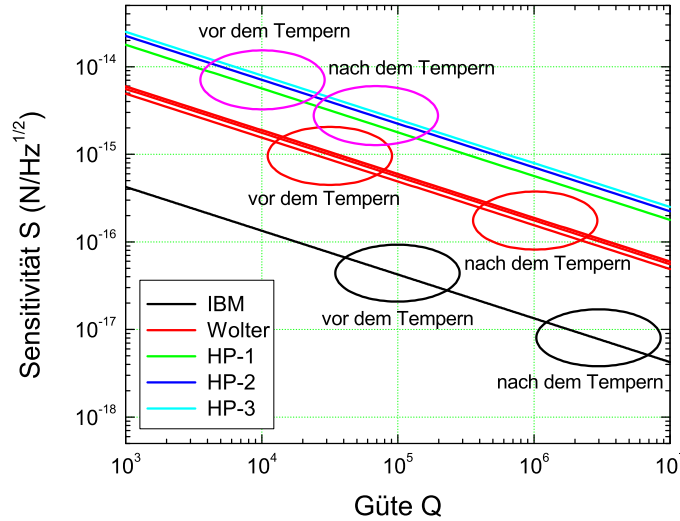
- $Si - H$
- $Si - OH$
- $Si - O - H$
- $Si - O$

Weldon et al. untersuchen den Oxidationsmechanismus von Siliziumoberflächen unter UHV-Bedingung [47]. Als Oxidant wird Wasser eingesetzt. Die Dynamik der Oxidschichtbildung des Siliziumsubstrates wird bei verschiedenen Temperaturen mittels IR-Spektroskopie untersucht. Nach dem Tempern bei 300 °C sind im IR-Spektrum drei Linien zu sehen, nämlich die  $Si - O$ -Linie bei  $f = 840 \text{ cm}^{-1}$ , die  $Si - H$ -Linie bei  $f = 2086 \text{ cm}^{-1}$  und die  $O - H$ -Linie bei  $f = 3660 \text{ cm}^{-1}$ . Erst nach dem Tempern bei Temperaturen zwischen 250 °C und 400 °C kommen acht Linien zusätzlich im IR-Spektrum vor. Fünf Linien bei  $f = 2090, 2099, 2109, 2117$  und  $2165 \text{ cm}^{-1}$  sind der  $Si - H$ - und drei  $f = 993, 1013$  und  $1042 \text{ cm}^{-1}$  der  $Si - O$ -Verbindung zuzuordnen.

Esteve et al. berichten, dass nach dem Tempern des Siliziumsubstrates ab einer Temperatur  $T = 350 \text{ °C}$  die  $Si - O - H$ -Linie ohne Verlust an Wasserstoff  $H$  aus dem Infrarotspektrum verschwindet [48]. D.h. die Hydroxyl-Verbindung

<sup>9</sup>englisch: Infra Red

<sup>10</sup>englisch: Mono Layer



**Abbildung 2.7:** Sensitivität  $S$  aller gemessenen Cantilever gegen die Güte aufgetragen. Durch Tempern konnten die mechanischen Eigenschaften der Cantilever verbessert werden. Die Güten konnten um mindestens eine Grössenordnung erhöht werden. Die beste Sensitivität, die bei den getemperten Cantilevern erreicht wurde liegt im  $10^{-16} \text{ N/Hz}^{0.5}$ -Bereich. Durch Kühlen können Güte und Sensitivität des Cantilevers weiter verbessert werden. Aber um im Attonewtonbereich sensitiv zu sein, muss die Güte des Cantilevers (Wolter-1 und Wolter-2) um drei Grössenordnungen verbessert werden. Der IBM-Cantilever ist nicht getempert. Durch Tempern und durch Abkühlen des IBM-Cantilevers auf Temperatur  $T = 4.2 \text{ K}$  scheint es mit dem IBM-Cantilever ohne weiteres möglich zu sein, sogar eine Sensitivität im Sub-Attonewtonbereich zu erreichen. Eine Sensitivität im Attonewtonbereich ist in der MRFM-Mikroskopie für die Detektion eines einzelnen Spins erforderlich.

$\text{Si} - \text{O} - \text{H}$  geht in die  $\text{Si} - \text{O}$ - und die  $\text{Si} - \text{H}$ -Verbindung über. Dies wird ebenfalls durch die Untersuchungen von Weldon et al. bestätigt [45]. Abgesehen davon ist im Infrarotspektrum der Siliziumoberfläche nach dem Tempern zu sehen, dass die  $\text{O} - \text{H}$ -Linie bei  $400^\circ\text{C}$  bis zu 90% verschwindet. Weiterhin wird beobachtet, dass bis zu 90% des passivierenden Wasserstoffs bei einer Temperatur von  $600^\circ\text{C}$  desorbieren.

Zhou et al. und Schulze et al. fanden heraus, dass beim Tempern von Silizium unter UHV-Bedingung bei einer Temperatur von  $450^\circ\text{C}$  die  $\text{Si} - \text{O} - \text{H}$ -Verbindungen in  $\text{Si} - \text{O}$  und  $\text{Si} - \text{H}$  Verbindungen übergehen. Ab  $750^\circ\text{C}$  desorbiert der Wasserstoff vollständig und es bleibt reines Siliziumoxid  $\text{Si} - \text{O}$  zurück. Erst ab  $850^\circ\text{C}$  desorbiert der Sauerstoff aus der Siliziumoxid-Verbindung  $\text{Si} - \text{O}$  und es entsteht eine reine Siliziumoberfläche [54, 55].

## 2.5 Schlussfolgerung und Ausblick

In diesem Kapitel wurde an Hand einiger Cantilever eindeutig gezeigt, dass die Zerfallszeit  $\tau$  und die damit zusammenhängende Güte  $Q$ , der Reibungskoeffizient  $\Gamma$  und schliesslich die Kraftsensitivität  $S$  durch Tempern entscheidend verbessert wird. Somit konnten bei allen behandelten Cantilevern die Güte  $Q$  um eine Grössenordnung verbessert werden und damit eine Kraftsensitivität  $S = 1.410^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$  bei Raumtemperatur erreicht werden.

Im vorherigen Abschnitt wurden alle Prozesse, die beim Tempern von oxidiertem Silizium, auftreten kurz beschrieben. Die Verbesserung der Eigenschaften der Cantilever basiert vermutlich darauf, dass durch Tempern bis  $T = 850^\circ\text{C}$  die Wasserstoffatome aus der  $\text{Si}-\text{O}-\text{H}$ - und der  $\text{Si}-\text{H}$ -Verbindung vollständig desorbieren, aber die  $\text{Si}-\text{O}$ -Schicht weiterhin bestehen bleibt. Um die  $\text{Si}-\text{O}$ -Schicht auch zu entfernen sind Temperaturen jenseits von  $850^\circ\text{C}$  erforderlich [44]. Die Verbesserung der Güten  $Q$  aller Cantilever ist dem Anschein nach auf das Entfernen von  $\text{Si}-\text{O}-\text{H}$ - und  $\text{Si}-\text{H}$ -Strängen zurück zu führen, die die im Cantilever gespeicherte Schwingungsenergie dissipieren, z. B. durch Anregen der Schwingungsmoden dieser Stränge, wodurch vermehrt Dissipationen auftreten, die die Güte  $Q$  bzw. die Zerfallszeit  $\tau$  des Cantilevers beeinträchtigen.

Um diese Aussagen zu untermauern, sind weitere Untersuchungen von Cantilevern diesbezüglich erforderlich. Dies wird Gegenstand der zukünftigen Untersuchungen zur Verbesserung der Cantilevereigenschaften sein. Interessant wäre die Cantilever, um die Siliziumoxid-Schicht ( $\text{Si}-\text{O}$ ) zu entfernen, mit einer noch höheren Temperatur, nämlich jenseits von  $850^\circ\text{C}$  zu tempern. Dadurch würden die mechanischen Eigenschaften des Cantilevers sicherlich noch weiter verbessert werden.

### 2.5.1 Bemerkung

Da der Cantilever Wolter-2 als einziger mit der Flusssäure ( $\text{HF}$ ) behandelt wurde, wird auf den Mechanismus des Ätzverfahrens nicht näher eingegangen. Es sollte trotzdem erwähnt werden, dass bei diesem Cantilever durch das Ätzen und anschliessende Tempern das beste Ergebnis erzielt wurde. Bei diesem Cantilever beträgt die Kraftsensitivität  $S = 1.39 \times 10^{-16} \text{ N}/\sqrt{\text{Hz}}$  bei Raumtemperatur.

## Kapitel 3

# Raumtemperatur-AFM-Mikroskopie

### 3.1 Einleitung

Bei der Magnetoressonanz-Kraftmikroskopie (MRFM) handelt es sich um die Untersuchung der magnetischen Kraft zwischen der auf einen Cantilever geklebten magnetischen Spitze und den in der Probe befindlichen Spin der Elektronen. In diesem Kapitel werden im Vorfeld der Messungen mit dem Tieftemperatur-MRFM-Mikroskops mit dem Raumtemperatur-AFM-Mikroskop unter anderem die Kraftsensitivität und die minimale topografische Auflösung der Cantilever mit aufgeklebter magnetischer Spitze in Kontakt- und Nichtkontakt-AFM-Modus untersucht. Darüberhinaus sollen mit dem Raumtemperatur AFM-Mikroskop einige komplementäre Messungen zur Tieftemperatur MRFM-Messung durchgeführt werden. Hierfür wurde für die Charakterisierung der Probe bzw. des Cantilevers ein Raumtemperatur AFM-Mikroskop gebaut.

Die Rahmenbedingungen für die Herstellung des Raumtemperatur-AFM werden im Folgenden zusammengefasst:

- Das Raumtemperatur-AFM-Mikroskop<sup>1</sup> soll unter HV<sup>2</sup>-Bedingung eingesetzt werden können.
- Um die mechanischen Störungen zu reduzieren, ist der Bau einer Wirbelstromdämpfung erforderlich.
- Das Mikroskop soll aus nichtmagnetischen Materialien bestehen. Da das Mikroskop in einer Vakuumkammer in einem Magnetfeld eingebaut werden soll und bei der AFM-Mikroskopie die magnetische Wechselwirkung zwischen dem Substrat und der magnetischen Spitze des Cantilevers untersucht werden soll, muss notwendigerweise das Mikroskop aus nicht magnetischen Materialien bestehen. Ansonsten würde einerseits das Cantileversignal beeinträchtigt und andererseits die Homogenität des äusseren Magnetfeldes durch magnetische Materialien im Mikroskop gestört.

---

<sup>1</sup>wird öfters mit R-AFM-Mikroskop abgekürzt

<sup>2</sup>englisch: High Vacuum

- Der Durchmesser der Vakuumkammer, in die das R-AFM-Mikroskop eingeführt werden soll, beträgt 81 cm. Deshalb sollte die Dimension des Mikroskops um einige Zentimeter kleiner sein als der Durchmesser der Vakuumkammer, damit der störende mechanische Kontakt des Mikroskops mit der Kammerinnenwand vermieden wird.
- Es sollte eine externe Steuerung der Abbildung des vom Cantilever reflektierten Strahls auf dem Vier-Quadranten-Detektor unter HV-Bedingung realisiert werden. Hierfür wurde ein Spiegelmotor entworfen und realisiert.
- Für die grobe Änderung des Abstandes zwischen Probe und Cantilever, z. B. für den Austausch des Cantilevers oder der Probe, ist die Herstellung eines Linearmotors erforderlich.

## 3.2 Aufbau des R-AFM-Mikroskops

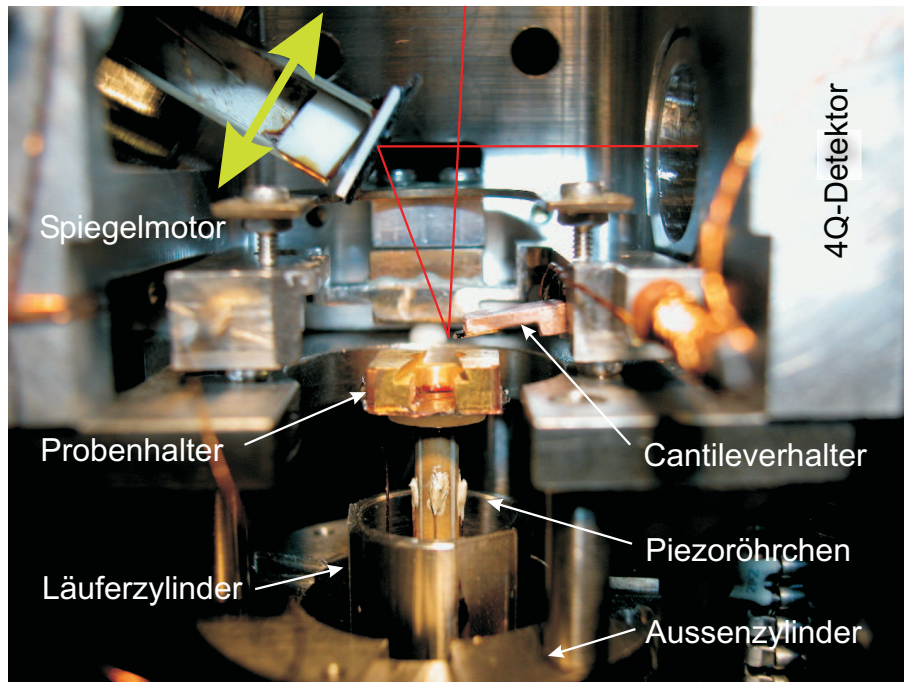
Das hergestellte Raumtemperatur-AFM-Mikroskop unterscheidet sich bis auf die magnetische Spitze, die auf den Cantilever geklebt wird, kaum von einem Standard-Rasterkraftmikroskop (AFM-Mikroskop). Bei beiden Mikroskopiemethoden werden die Kräfte zwischen der Probe und der Spitze des Cantilevers untersucht. Die auf den Cantilever wirkende Kraft ist proportional zur Auslenkung des Cantilevers. Es gibt verschiedene Methoden zur Messung der Auslenkung des Cantilevers. In diesem Zusammenhang sind die Methode der Interferometrie, die piezoresistive Methode und schliesslich die Lichtzeigermethode zur Messung der Cantileverauslenkung zu erwähnen. Für das R-AFM-Mikroskop haben wir uns für die Lichtzeigermethode entschieden. Diese Methode ist auch unter „Beam Deflection“ bekannt. Die Lichtzeigermethode wird in den nächsten Abschnitten näher beschrieben.

In Abbildung 3.1 ist ein Bild des Raumtemperatur-AFM-Mikroskops mit einigen wichtigen gekennzeichneten Komponenten zu sehen. Diese Komponenten des R-AFM-Mikroskops werden in den folgenden Abschnitten genauer beschrieben.

### 3.2.1 Linearmotor

Der Linearmotor dient der groben Annäherung der Probe und des Cantilevers. Der Linearmotor besteht im Wesentlichen aus zwei konzentrisch angeordneten Innen- und Aussenzylindern. Der Innenzylinder wird, da er die bewegliche Komponente ist, häufig auch als Läuferzylinder bezeichnet. Für die kontrollierte Translationsbewegung des inneren gegenüber dem äusseren Zylinder wird die Scherkraft von Piezokeramiken eingesetzt. Um den Scherweg der Piezokeramiken zu erhöhen, wurden mehrere Scherpiezoelemente mit der Dimension  $5.0 \times 5.0 \times 0.5 \text{ mm}$  zu einem so genannten „Piezostack“ übereinander geklebt. Insgesamt wurden sechs Piezostacks, die jeweils aus vier aufeinander geklebten Scherpiezoelementen bestehen, hergestellt. Die Piezostacks werden paarweise übereinander geklebt. In Abbildung 3.2 ist ein Piezostackpaar schematisch dargestellt. Die Scherpiezokeramiken sind parallel zu den Kontaktflächen polarisiert. D.h. durch Anlegen von Spannung an den elektrischen Kontaktflächen,





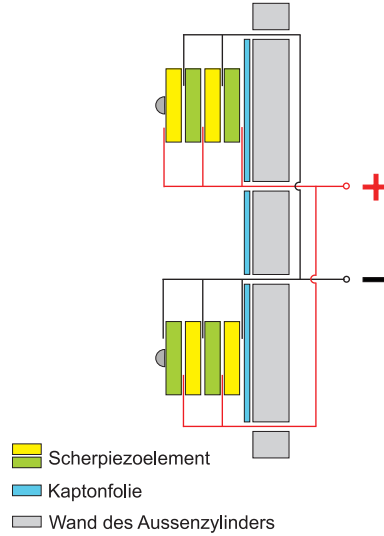
**Abbildung 3.1:** Bild des Raumtemperatur-AFM-Mikroskops. Auf die einzelnen Komponenten des Mikroskops und deren Funktionsweise wird in den jeweiligen Abschnitten genauer eingegangen.

kann das Piezoelement nur in eine Richtung scheren. Deshalb müssen die Piezoelemente abwechselnd um  $180^\circ$  gegeneinander gedreht werden, um mit dem Linearmotor sowohl hoch als auch herunterfahren zu können. Eine genauere Beschreibung der Herstellung und Funktionsweise von Piezostacks findet sich in der Diplomarbeit von Patric Ruff [11].

Wie schon erwähnt, wurden drei Piezostackpaare hergestellt. Zwei Piezostackpaare sind an der Innenwand des Aussenzylinders festgeklebt und das dritte Piezostackpaar ist auf einem abnehmbaren Balken festgeklebt, der mit einer Kupfer-Beryllium-Feder an den Läuferzylinder gepresst wird. Die Federstärke muss über zwei Schrauben so reguliert werden können, dass der Innenzylinder während des Betriebes optimal läuft. In Abbildung 3.3 sind Linearmotor, Piezoröhrchen und einige andere Komponenten des R-AFM-Mikroskops schematisch dargestellt.

### 3.2.2 Läuferzylinder

Der Läuferzylinder besteht aus Titan. In die Aussenwände des Läuferzylinders wurden entlang der Zylinderachse drei Vertiefungen mit der Breite  $5\text{ mm}$  eingefräst. In diese Einfräsungen wurden passende Saphirstreifen mit einer Dicke von  $0.4\text{ mm}$  geklebt. Da die polierten Saphirstreifen eine sehr glatte Oberfläche haben, wurden sie zur Reduzierung der Reibungsverluste eingesetzt. Der mechanische Kontakt zwischen Aussen- und Läuferzylinder ist durch Titan-Halbkügel-



**Abbildung 3.2:** Schematische Darstellung eines Piezostack-Paares. Jedes zweite Piezoelement ist bezüglich der Polarisationsrichtung gegenüber dem ersten um  $180^\circ$  gedreht. Dies ist durch die grüne und gelbe Farbe gekennzeichnet. Um die Kontaktfläche und somit den Reibungsverlust zwischen Piezostack und Läuferzylinder zu reduzieren, wurden auf die Piezostacks Halbkügelchen aus Titan ( $Ti$ ) mit einem Durchmesser von  $2\text{ mm}$  geklebt. Die Piezostacks wurden mit Kaptonfolie gegenüber dem Aussenzylinder isoliert.

chen, die auf die Piezostacks geklebt wurden, und die Saphirlauflächen gegeben. Um den Linearmotor nicht unnötig zu belasten, muss man bestrebt sein, das Gewicht des Läuferzylinders und anderer Komponenten so gering wie möglich zu halten.

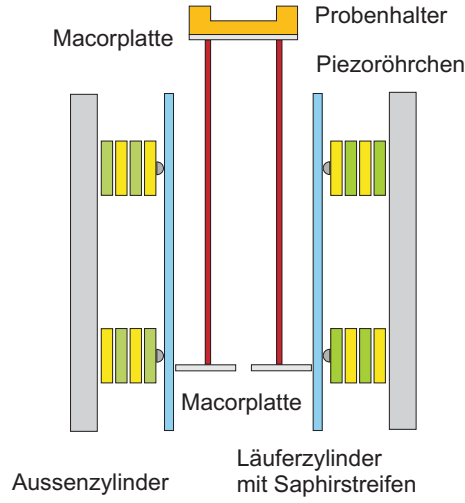
Die Dimensionen des Läuferzylinders aus Titan ( $Ti$ ) sind in der Tabelle 3.1 zusammengefasst. Im Inneren des Läuferzylinders ist das Scanpiezoröhrchen montiert, worauf im nächsten Abschnitt näher eingegangen wird.

$d_A$ (mm)	$d_I$ (mm)	$l$ (mm)	$m$ (g)
15.8	13.4	35.0	8.0

**Tabelle 3.1:** Die Dimensionen des Läuferzylinders. Dabei ist  $d_A$  der Aussendurchmesser,  $d_I$  der Innendurchmesser und  $l$  die Länge des Läuferzylinders.

### 3.2.3 Piezoröhrchen

Als Piezoröhrchen wurde ein Vier-Segmente-Rohrpiezo vom Typ EBL-II mit einem Aussendurchmesser  $d_A = 3.3\text{ mm}$ , einem Innendurchmesser  $d_I = 2.1\text{ mm}$  (Wanddicke  $t = 0.6\text{ mm}$ ) und einer Länge  $l = 25.4\text{ mm}$  [56] verwendet. Das Scanpiezoröhrchen ermöglicht eine dreidimensionale Bewegung der Pro-



**Abbildung 3.3:** Schematische Darstellung des Linearmotors, der Piezoscantube und einiger anderer Komponenten des Raumtemperatur-AFM-Mikroskops. Die Innenwände des Aussenzylinders wurden mit Kaptonfolie isoliert und anschliessend wurden die Piezostacks geklebt. Der mechanische Kontakt zwischen Aussen- und Läuferzylinder ist durch die Titankügelchen und Saphirstreifen, die auf die Aussenwand des Läuferzylinders geklebt sind, über eine Kupfer-Beryllium-Feder gewährleistet. Die Piezoscantube ist auf einer Macor-Platte höhenverstellbar im inneren des Läuferzylinders montiert. Auf das Piezoröhrchen wurde ein Macorplättchen, das zur Isolierung dient, und der Probenhalter geklebt.

be gegenüber dem Cantilever im Sub-Nanometerbereich. Die Vier-Segmente sind gleich gross, bestehen aus Kupfer und sind für die elektrische Kontaktierung vorgesehen. Der Scanbereich  $\Delta x$  bzw.  $\Delta y$  des Piezoröhrchens in  $x$ - bzw.  $y$ -Richtung ist proportional zur angelegten Spannung  $U_{x,y}$  und wird vom Hersteller durch die Formel

$$\Delta x = \Delta y \approx \frac{2\sqrt{2} \cdot d_{31} l^2 U_{x,y}}{\pi d_{It}} \quad (3.1)$$

angegeben. Dabei ist  $d_{13} = -1.73 \text{ \AA/V}$  der Deformations-Koeffizient senkrecht zur Polarisationsrichtung des Piezoröhrchens und  $U$  ist die angelegte Spannung. Dies bedeutet einen Scanbereich von etwa  $12 \mu\text{m} \times 12 \mu\text{m}$  für eine Spannung  $U = 150 \text{ V}$ . Für die Kalibrierung des Scanberichts nach Gleichung 3.1 erhält man  $\frac{\Delta x}{U_x} = \frac{\Delta y}{U_y} = 80.0 \frac{\text{nm}}{\text{V}}$ .

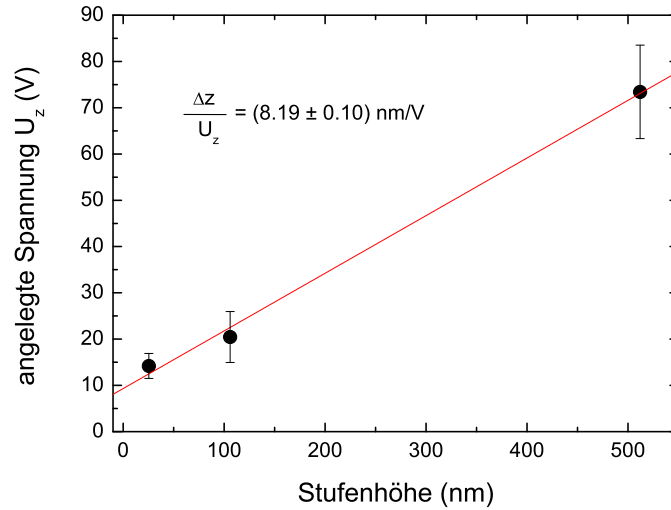
Durch Anlegen einer Spannung zwischen der inneren Elektrode und allen äusseren Kontaktsegmenten kann die Länge des Piezoröhrchens ( $z$ -Richtung) kontrolliert werden. Die Auslenkung  $\Delta z$  entlang der Längsachse des Röhrchens ist ebenfalls proportional zur angelegten Spannung  $U_z$  und wird vom Hersteller durch

$$\Delta z = \frac{d_{31} l U_z}{d} \quad (3.2)$$

angegeben. Bei einer Spannung  $U_z = 150 \text{ V}$  erfährt das Piezoröhrchen eine Längenänderung  $\Delta z = 1.2 \mu\text{m}$ . Für eine erste grobe Kalibrierung der Längenänderung erhält man aus diesem Ergebnis  $\frac{\Delta z}{U_z} = 8.0 \frac{\text{nm}}{\text{V}}$ .

### 3.2.4 $z$ -Kalibrierung des Piezoröhrchens

Für die  $z$ -Kalibrierung des Piezoröhrchens standen drei Testgitter TGZ01, TGZ02 und TGZ03 mit einer Gitterkonstante  $3\text{ }\mu\text{m}$  und unterschiedlichen Stufenhöhen  $25.5\text{ nm}$ ,  $106\text{ nm}$  und  $512\text{ nm}$  zur Verfügung. Die Testgitter wurden im AFM-Kontaktmodus gemessen. Der Scanbereich wurde auf eine Stufe des Testgitters eingeschränkt und anschliessend wurde mit der Spannung  $U_z$  am Piezoröhrchen der Abstand zwischen Testgitter und Cantilever vergrössert bis das Stufensignal verschwunden war. Diese Messung wurde an allen Testgittern 20-mal durchgeführt und daraus der Mittelwert gebildet und die Standardabweichung errechnet. Das Ergebnis dieser Messung ist in der Abbildung 3.4 grafisch dargestellt.

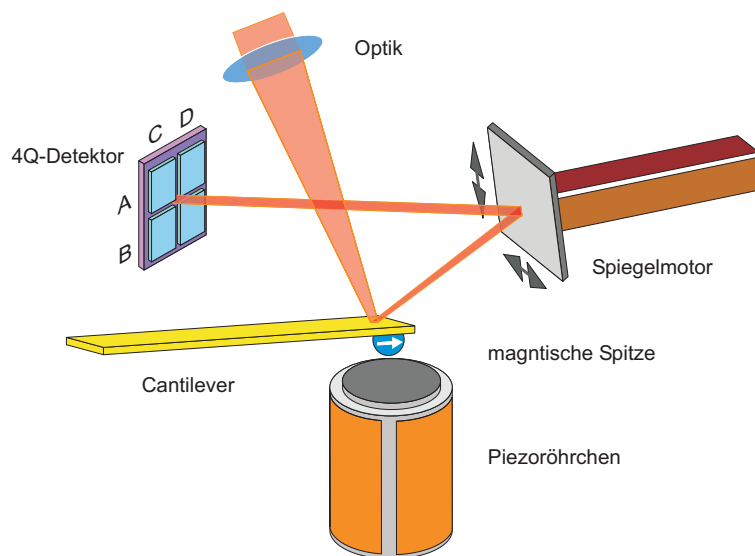


**Abbildung 3.4:**  $z$ -Kalibrierung des Piezoröhrchens. Für die Kalibrierung des Piezoröhrchens standen drei Testgitter mit unterschiedlichen Stufenhöhen zur Verfügung. Bei der Kalibrierung wurde der Scanbereich im Kontakt-AFM-Modus auf eine Stufe bei  $U_z = 0\text{ V}$  eingeschränkt. Anschliessend wurde mit der Spannung  $U_z$  der Abstand zwischen Cantilever und Testgitter vergrössert, bis das Stufensignal des Testgitters verschwunden war. Diese Messung wurde an allen Testgittern 20-mal vorgenommen, und aus den Spannungswerten und Stufenhöhen wurde die  $z$ -Kalibrierung des Piezoröhrchens ermittelt.

Die Daten wurden linear gefittet und aus der Steigung wurde die  $z$ -Kalibrierung des Piezoröhrchens zu  $\frac{\Delta z}{U_z} = 8.19 \pm 0.10 \frac{\text{nm}}{\text{V}}$  ermittelt. Das Ergebnis stimmt weitgehend mit den Angaben des Herstellers  $\frac{\Delta z}{U_z} = 8.0 \frac{\text{nm}}{\text{V}}$ , die mit der Gleichung (3.2) berechnet wurden, überein.

### 3.2.5 Spiegelmotor

Beim R-AFM-Mikroskop wird der Laserstrahl mit Hilfe einer Optik auf den Cantilever fokussiert. Der vom Cantilever reflektierte Strahl wird mit einem eigens dafür hergestellten Spiegelmotor auf dem 4Q-Detektor abgebildet. Diese Methode ist als Lichtzeigermethode bekannt. Das Prinzip ist in der Abbildung 3.5 illustriert. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass man mit dem 4Q-Detektor gleichzeitig die vertikale Auslenkung des Cantilevers, das  $(A - B)$ -Signal, und die Torsion des Cantilevers, das  $(C - D)$ -Signal, messen kann.



**Abbildung 3.5:** Bei der Lichtzeigermethode wird das Laser-Licht mit Hilfe eines Linsensystems auf dem Cantilever fokussiert. Der vom Cantilever reflektierte Laserstrahl wird über einen extern elektronisch steuerbaren Spiegelmotor auf dem 4Q-Detektor abgebildet.

Der 4Q-Detektor ist auf zwei Mikrometer-Tische montiert, sodass man ihn in  $x$ - und  $y$ -Richtung verschieben kann. Es ist wichtig, dass das reflektierte Lichtsignal des ruhenden Cantilevers auf den 4Q-Detektor so positioniert wird, dass das Differenzspannungssignal  $A - B$  und  $C - D$  zwischen den Segmenten des 4Q-Detektors auf Null abgeglichen ist. In der Praxis kommt es oft vor, dass sich das Signal beim Einbau des Mikroskops in die Vakuumkammer durch mechanische Störungen oder durch die Evakuierung der Kammer verschiebt. Um diese Verschiebung zu korrigieren wurde ein Spiegelmotor entwickelt. Hierzu wurde der Spiegel auf zwei senkrecht aufeinander stehende Piezo-Biegeaktoren-Streifen (Bimorph) geklebt (Siehe Abbildung 3.5). Damit ist gewährleistet, dass der Spiegel in zwei Richtungen gedreht werden kann. Dies ist in der Abbildung 3.5 durch die Pfeile gekennzeichnet. Nun kann durch Anlegen einer über einen Potentiometer gesteuerten Spannung an den Biegeaktoren das Cantileversignal wieder korrigiert werden.

### 3.3 Experimentelle Ergebnisse

Es gibt zwei verschiedene Betriebsmodi für AFM-Messungen, nämlich den statischen und den dynamischen Betriebsmodus.

- Beim statischen Modus, der auch als Kontaktmodus bekannt ist, wird der Abstand zwischen der Probe und der Cantileverspitze verringert, bis der Federbalken eine Verbiegung erfährt, die proportional zur wechselwirkenden Kraft  $F_{WW}$  zwischen der Probe und der Cantileverspitze ist. Während des Scannens der Probenoberfläche kommt der PI-Regler zur Regulierung des Abstandes zwischen Probe und Cantilever zum Einsatz. Hierbei wird der Abstand so reguliert, dass die Wechselwirkungskraft

$$F_{WW} = k \cdot \Delta z \quad (3.3)$$

zwischen Probe und Cantileverspitze konstant bleibt. Dabei ist  $k$  die Federkonstante und  $\Delta z$  beschreibt die Verbiegung des Cantilevers. Da es sich bei diesem Betriebsmodus um die Messung sehr kleiner Kräfte zwischen  $10^{-12}N - 10^{-9}N$  handelt, sind hierfür Cantilever mit sehr kleinen Federkonstanten von typischerweise  $k = 10 \text{ mN/m}$  erforderlich, denn bei Cantilevern grosserer Federkonstanten würde durch den Kontakt mit der Probe die Cantileverspitze deformiert. Für die Wechselwirkungskräfte zwischen  $10^{-12}N - 10^{-9}N$  erfährt ein Cantilever mit der Federkonstante  $k = 10 \text{ mN/m}$  eine Verbiegung zwischen  $0.1 \text{ nm} > \Delta z > 100 \text{ nm}$ .

- Beim dynamischen Betriebsmodus, der auch als Nicht-Kontaktmodus bekannt ist, wird der Cantilever mit der Resonanzfrequenz  $f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}$  mit der COCA über den Anregungspiezo (Dickenschwinger) selbstoszillierend angeregt. Die wechselwirkende Kraft  $F_{WW}$  zwischen der Probe und der Cantileverspitze führt zur einer Verschiebung der Resonanzfrequenz

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k + \frac{\partial F_{WW}}{\partial z}}{m}} \quad (3.4)$$

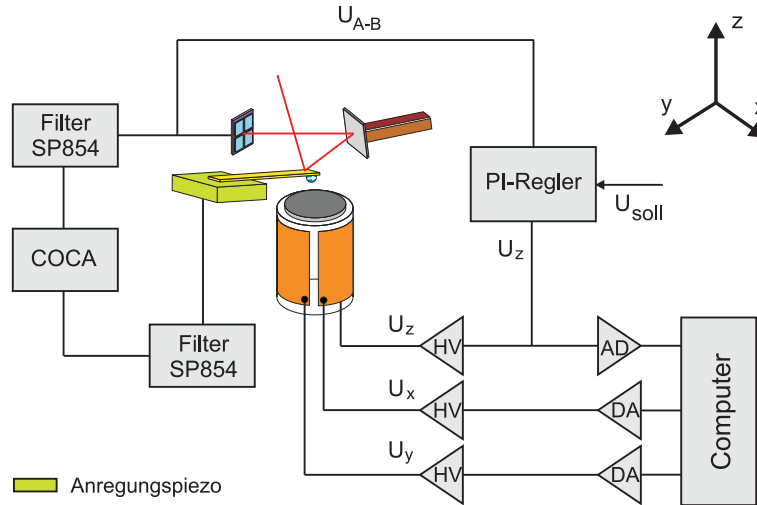
des Cantilevers. Eine repulsive Kraft  $\frac{\partial F_{WW}}{\partial z} > 0$  führt zur Erhöhung und eine attraktive Kraft  $\frac{\partial F_{WW}}{\partial z} < 0$  führt zur Senkung der Resonanzfrequenz des Cantilevers.

#### 3.3.1 Experimenteller Aufbau

Der Cantilever wird mit der COCA selbstoszillierend angeregt. Das Cantileversignal ( $U_{A-B}$ ) wird in einen Proportional-Integral-Regler (PI-Regler) eingespeist. Der PI-Regler vergleicht das  $U_{A-B}$ -Signal mit dem Sollwert  $U_{soll}$  und berechnet aus der Differenz  $\Delta U = U_{A-B} - U_{soll}$  durch

$$U_z = P \cdot \Delta U + U \cdot \int \Delta U dt \quad (3.5)$$

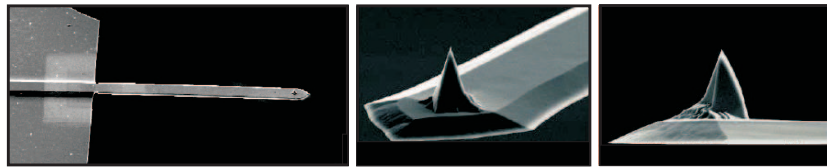
die Ausgangsspannung  $U_z$ . Die Spannung  $U_z$  wird über einen Hochspannungsverstärker (HV: High Voltage) an das Piezoröhrchen gelegt, dadurch wird der Abstand zwischen Cantilever und Probe konstant gehalten.



**Abbildung 3.6:** Versuchsaufbau des R-AFM-Systems. Der Cantilever wird mit der Resonanzfrequenz  $f_0$  über den Anregungspiezo selbstoszillierend angeregt. Das Cantileversignal wird im PI-Regler, der aus dem Vergleich des Cantileversignals mit dem Sollwert  $U_{soll}$  den Abstand zwischen Probe und Cantileverspitze mit der Ausgangsspannung  $U_z$  reguliert, eingespeist. Für die topografische Abbildung der Probenoberfläche wird die Spannung  $U_z$  vom Computer über einen Analog-Digitalwandler (AD-Wandler) abgelesen. Mit einem Computerprogramm „Scanit“ kann einerseits die topografische Abbildung der Probe erstellt werden und andererseits über Digital-Analogwandler (DA-Wandler) und HV-Verstärker mit den Ausgangsspannungen  $U_x$  und  $U_y$  am Piezoröhrchen, die Probe mit der Cantileverspitze gescannt werden.

### 3.3.2 Kontakt-AFM-Messungen

Für die ersten Messungen, die mit dem R-AFM-Mikroskop gemacht wurden, standen einige kommerziell erhältliche Testgitter aus Silizium mit Gitterkonstanten zwischen  $0.2 - 3.0 \mu m$  und einige hergestellte Proben zur Verfügung. Die ersten Messungen an Testgittern wurden mit einem kommerziellen Cantilever<sup>3</sup> mit integrierter Spitze im Kontakt-AFM-Modus vorgenommen [57]. In Abbildung 3.7 sind SEM<sup>4</sup>-Bilder solcher Cantilever zu sehen.



**Abbildung 3.7:** SEM-Bilder von kommerziell erhältlichen Cantilevern mit integrierter Spitze, die bei der AFM-Messungen im Kontaktmodus verwendet wurden [57].

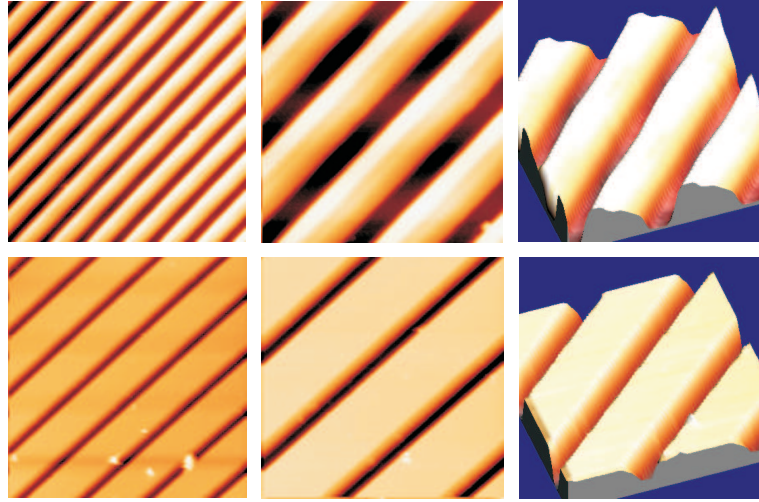
In Abbildung 3.9 ist die topografische Abbildung von zwei Testgittern mit

<sup>3</sup>Länge:  $450 \mu m$ , Breite:  $45 \mu m$  und Dicke:  $1.6 - 2.2 \mu m$

<sup>4</sup>englisch: Scanning Electron Microscopy



einer Gitterkonstante von  $3\ \mu\text{m}$  repräsentativ dargestellt. Die Messung wurde im Kontakt-Modus durchgeführt.



**Abbildung 3.8:** Topografische Abbildungen von Testgittern. Die Messungen wurden im Kontaktmodus durchgeführt. Die Testgitter sind aus Silizium und besitzen eine Gitterkonstante von  $3\ \mu\text{m}$  und eine Stufenhöhe von  $1.8\ \mu\text{m}$ .

Wie schon im Kapitel 1 beschrieben wurde, ist eine der Hauptziele der MRFM-Mikroskopie, die mechanische Detektion eines einzelnen Spins. Hierzu wurde auf die Spitze des Cantilevers ein Magnet mit der Orientierung in Richtung des äusseren Magnetfeldes  $B_z$  geklebt.

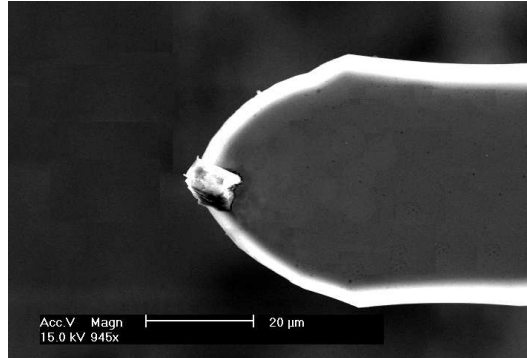
Zum Kleben der magnetischen Spitze wurde die Spitze des Cantilevers mit Hilfe von Mikromanipulatoren mit dem optischen Kleber<sup>5</sup> in Berührung gebracht [58]. Es ist zu beachten, dass hierbei nur eine sehr geringe für den Klebeprozess notwendige Menge an Klebstoff verwendet wird, denn eine zusätzliche Masse auf der Spitze des Cantilevers würde dessen mechanische Eigenschaften wie die Güte  $Q$  bzw. die Kraftsensitivität beeinträchtigen. Für die Herstellung der magnetischen Spitzen, wurde ein kommerzieller SmCo-Magnet in einem Mörser zermahlen. Um die pulverisierten Magneteilchen zu vereinzeln, wurden sie zwischen zwei Objektträgern gepresst und zerrieben. Danach wurde unter dem Lichtmikroskop eine geeignete Magnetspitze der gewünschten Grösse und Form ausgesucht. Mit Hilfe der Mikromanipulatoren wurde die ausgesuchte magnetische Spitze mit der mit dem optischen Kleber benetzten Cantileverfläche in Berührung gebracht und auf dem Cantilever positioniert. Der optische Kleber wurde anschliessend mit UV<sup>6</sup>-Strahlen für einige Stunden ausgehärtet. Während dieses Prozesses befand sich der Cantilever in einem Magnetfeld, das dafür sorgte, dass die Magnetisierungsrichtung der Spitze während des Aushärtvorgangs in der gewünschten Richtung blieb.

In Abbildung 3.9 ist eine SEM-Aufnahme eines Cantilevers zu sehen, dessen

<sup>5</sup>Norland Optical Adhesive 65, Norland Products, P.O. Box 637, 2540 Route 130, Suit 100, Cranbury, NJ 08512

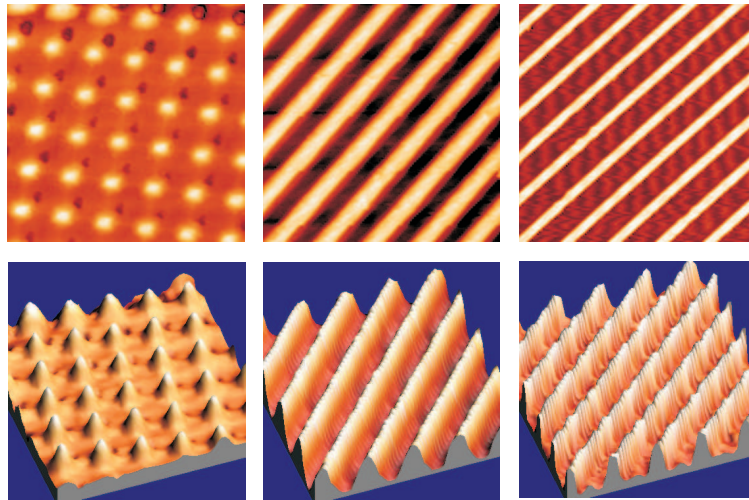
<sup>6</sup>englisch: Ultra Violet





**Abbildung 3.9:** Nanosensor-Cantilever mit einer magnetischen Spitze aus Samarium-Kobalt ( $SmCo$ ). Der Radius der  $SmCo$ -Spitze beträgt etwa  $r \approx 4.29 \mu m$  und die berechnete Masse beträgt etwa  $m \approx 2.70 ng$ .

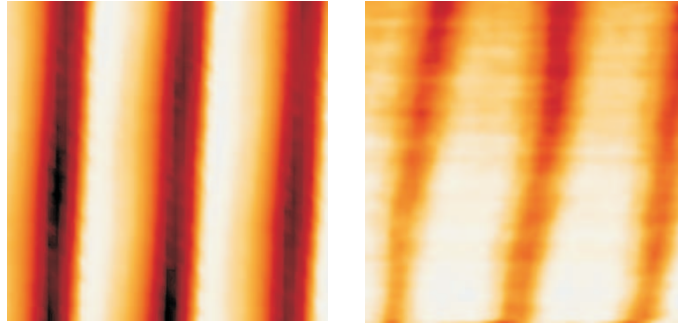
magnetische Spitze mit dem oben beschriebenen Verfahren geklebt wurde. Die Spitze dieses Cantilevers ist aus Samarium-Kobalt  $SmCo$  mit der nominellen Dichte  $\rho_{SmCo} = 8.20 g/cm^3$ . Die magnetische Spitze hat einen Radius von  $r \approx 4.29 \mu m$ . Daraus lässt sich mit der Dichte von Samarium-Kobalt  $\rho_{SmCo}$  die Masse der Spitze zu  $m \approx 2.70 ng$  berechnen.



**Abbildung 3.10:** Topografie von Testgittern mit den Gitterkonstanten  $3 \mu m$  mit einem Cantilever mit der geklebten magnetischen Spitze aus Samarium-Cobalt ( $SmCo$ ).

Mit einem Cantilever mit geklebter Samarium-Kobalt-Spitze wurden topografische Untersuchungen an den erwähnten Testgittern im AFM-Kontaktmodus vorgenommen. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist exemplarisch für einige Testgitter mit Gitterkonstanten von  $3 \mu$  in Abbildung 3.10 zu sehen. Diese Untersuchung wurde ebenfalls an einem Testgitter mit der Gitterkonstante  $400 nm$  sowohl mit kommerziellem Nanosensor Cantilever mit einem integrierten Tip (Abbildung 3.7) als auch mit einer präparierten  $SmCo$ -Spitze

durchgeführt. Die topografische Auflösung dieser Testgitter mit den beschriebenen Cantilevern ist in Abbildung 3.11 zum Vergleich dargestellt.



**Abbildung 3.11:** Topografische Abbildung eines Testgitters mit einer Gitterkonstanten von  $400\text{ nm}$  mit einem kommerziellen Nanosensor-Cantilever mit integrierter Spitze (linkes Bild) und ebenfalls mit einem Nanosensor-Cantilever mit einer präparierten *SmCo*-Spitze (rechtes Bild) in Kontakt-AFM-Modus.

Mit dieser Messung wird demonstriert, dass es möglich ist, mit einer präparierten magnetischen Spitze eine Auflösungsgrenze von mindestens  $400\text{ nm}$  im AFM-Kontaktmodus zu erreichen. Wie in Abbildung 3.11 zu sehen, ist die topografische Auflösung dieses Testgitters mit einem Nanosensor-Cantilever mit einer integrierten Spitze besser gelungen (linkes Bild), als die Auflösung mit einer magnetischen Spitze. Dies ist darauf zurückzuführen, dass der kommerzielle Cantilever über eine schärfere Spitze verfügt als der Cantilever mit der präparierten magnetischen Spitze.

Sicherlich kann durch einige Verbesserungen die Auflösungsgrenze noch weiter herabgesetzt werden. Eine sehr erfolgsversprechende Verbesserung konnte durch Formen der magnetischen Spitze mit FIB<sup>7</sup> [14] erzielt werden. Durch die Montage des R-AFM-Systems auf einen aktivgedämpften Tisch und durch die Verbesserung der Wirbelstrom-Dämpfung könnte die Auflösungsgrenze noch weiter verbessert werden.

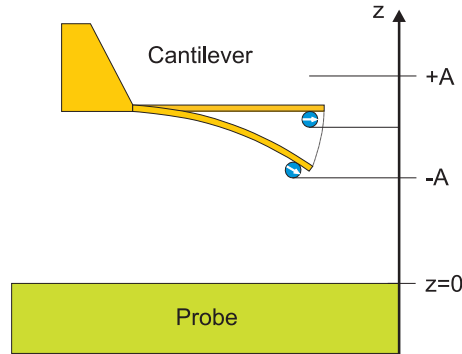
### 3.3.3 Wechselwirkungskräfte zwischen Probe und magnetischer Spitze des Cantilvers

Vor der topografischen Abbildung der Probenoberfläche im Nicht-Kontaktmodus sind einige komplementäre Messungen durchgeführt worden. Gegenstand dieser Messungen ist die Untersuchung der Wechselwirkung zwischen der Probe und der Cantileverspitze. Diese Messungen werden in den folgenden Abschnitten diskutiert.

Die Resonanzfrequenz  $f_0$  und die Dimension des Nanosensor-Cantilevers mit der geklebten *SmCo*-Spitze, mit dem Nichtkontakt-AFM-Messungen durchgeführt wurden, sind in der Tabelle 3.2 zusammengefasst.

Um die Wechselwirkungskräfte zwischen Cantilever und Probe zu untersuchen, wurden vor der Nichtkontakt-AFM-Messungen die Kontaktpotenzial-

<sup>7</sup>englisch: Focused Ion Beam



**Abbildung 3.12:** Schematische Darstellung eines schwingenden Cantilevers. Dabei ist  $A$  die Amplitude des Cantilevers und  $z$  beschreibt dessen momentanen Abstand zur Probe.

$f_0$ (kHz)	$l$ ( $\mu\text{m}$ )	$w$ ( $\mu\text{m}$ )	$t$ ( $\mu\text{m}$ )	$k$ (N/m)	$m_{\text{Spitze}}$ (ng)
12.661	450.0	47.0	1.86	0.01	2.70

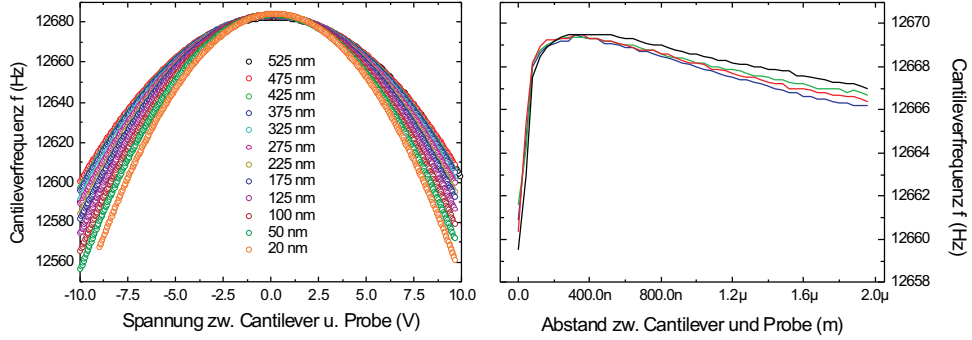
**Tabelle 3.2:** Die Resonanzfrequenz  $f_0$ , die Länge  $l$ , die Breite  $w$ , die Dicke  $t$  und die Federkonstante  $k$  des Nanosensor-Cantilevers mit einer  $2.3 \text{ ng SmCo}$ -Spitze.

und die Kraft-Distanz-Messung an verschiedenen Proben vorgenommen. Ziel bei der Nichtkontakt AFM-Messung ist die Optimierung der topografischen Auflösungsgrenze mit einer präparierten magnetischen Cantileverspitze. Diese Messungen wurden mit dem Cantilever in Abbildung 3.9 bei Raumtemperatur unter HV-Bedingungen bei einem Druck  $p = 1.5 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  vorgenommen. Im Folgenden wird auf die Kontaktpotenzial- und Kraft-Distanz-Messungen, die mit dem Nanosensor-Cantilever mit präparierter magnetischer Spitze (Abbildung 3.9) vorgenommen wurden, näher eingegangen.

Das Kontaktpotenzial  $U_{cpd} = \Phi_{\text{Spitze}} - \Phi_{\text{Probe}}$  resultiert aus der Differenz der Austrittsarbeiten der Spitze  $\Phi_{\text{Spitze}}$  des Cantilevers und der Probe  $\Phi_{\text{Probe}}$ . Bei dem Raumtemperatur-AFM-Mikroskop ist die Möglichkeit gegeben, eine Spannung zwischen dem Cantilever und der geerdeten Probe anzulegen. Bei der Messung des Kontaktpotenzials  $U_{cpd}$  wird die Frequenzverschiebung  $\Delta f$  bzw. die Resonanzfrequenz  $f_0$  des selbsschwingenden Cantilevers in Abhängigkeit der Spannung  $U$  zwischen Probe und Cantilever gemessen. Bei dieser Messung wurde der PI-Regler ausgeschaltet und die Resonanzfrequenz des Cantilevers in Abhängigkeit der angelegten Spannung  $U$  für verschiedene Abstände zwischen Cantileverspitze und Probe gemessen. Als Proben wurden Gold ( $\text{Au}$ ) und ein Testgitter mit der Gitterkonstante  $400 \text{ nm}$  aus Quarz eingesetzt. Bei der Gold-Probe wurden  $10 \text{ nm}$  Gold auf Quarz aufgedampft.

Abgesehen von den Kontaktpotenzial-Messungen wurden auch Kraft-Distanz-Messungen an den oben genannten Proben durchgeführt. In Abbildung 3.13 ist die Kontaktpotenzial- und die Kraft-Distanz-Messung, die am Testgitter-

ter durchgeführt wurde, exemplarisch dargestellt.



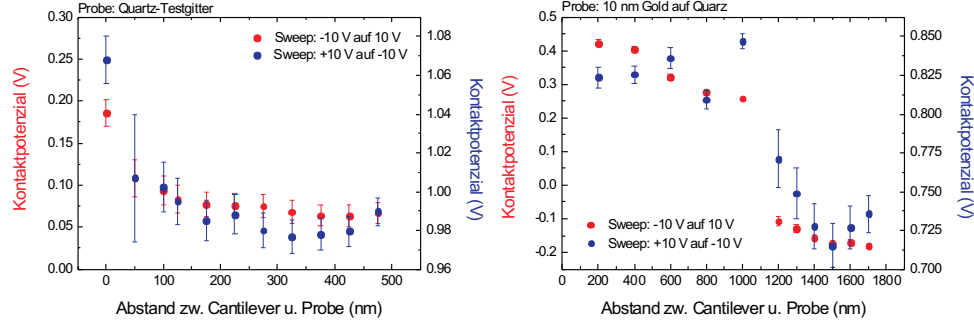
**Abbildung 3.13:** Messung der Resonanzfrequenz  $f_0$  des Cantilevers in Abhängigkeit der angelegte Spannung  $U$  zwischen Probe und Cantileverspitze (siehe Abbildung 3.10) für verschiedene Abstände. Diese Messung wurde an einem Quarz-Testgitter mit der Gitterkonstante  $400 \text{ nm}$  aus Quarz vorgenommen. Die Kraft-Distanz-Messung, die an dieser Probe durchgeführt wurde, ist im rechten Grafen dargestellt.

In Kapitel 1 wurde die Abhängigkeit der Resonanzfrequenz des Cantilevers von der äusseren Spannung durch die Gleichung (1.40) angegeben. Die Daten wurden mit dieser Gleichung gefittet und daraus das Kontaktpotenzial für die oben genannten Proben für verschieden Abstände ermittelt. Das Ergebnis dieser Messungen ist in Abbildung 3.14 dargestellt. Abgesehen von der Kontaktpotenzial-Messung wurden auch Kraft-Distanz-Messungen an den erwähnten Proben durchgeführt. In Abbildung 3.13 rechtes Bild ist die Kraft-Distanz-Messung, die am Quarz-Testgitter durchgeführt wurde, dargestellt. Bei dieser Messung wurde das Kontaktpotenzial nicht kompensiert. Deshalb erstreckt sich der Wechselwirkungsbereich über den ganzen Messbereich.

Guggisberg et al. untersuchen die elektrostatische Wechselwirkung eines kommerziellen Nanosensor-Cantilevers mit einem integrierten Tip in der Nähe einer Probe aus Kupfer [31]. Es wird herausgefunden, dass das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  für die Abstände  $d < 10 \text{ nm}$  zwischen Probe und Cantileverspitze keine Distanzabhängigkeit zeigt.

Wir stellen fest, dass für die Abstände jenseits von  $100 \text{ nm}$ , die für die Tieftemperatur-AFM-Mikroskopie von Interesse sind, das Kontaktpotenzial eine Distanzabhängigkeit aufweist. Die Distanzabhängigkeit wurde bei den Quarzproben mit und ohne  $10 \text{ nm}$  aufgedampfter Goldschicht beobachtet. Im Gegensatz zur Messung des Kontaktpotenzials in Kapitel 1 wird bei dieser Messung eine Abhängigkeit des Kontaktpotenzials von der Durchlaufrichtung der Spannung festgestellt. Dies hängt vermutlich damit zusammen, dass nach jedem Zyklus zusätzliche Ladung in die Probe bzw. in den Cantilever injiziert wird und somit ein parasitärer „Offset“ erzeugt wird.

Bei einem Kontaktpotenzial  $U_{cpd} = 0.8 \text{ V}$  erfährt ein Cantilever mit der Spitze  $a = 3.0 \text{ μm}$  in einem Abstand  $z = 500 \text{ nm}$  zur Probe eine Kraft



**Abbildung 3.14:** Das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  wurde in Abhängigkeit des Abstandes zwischen Probe und Cantileverspitze mit entgegengesetzter Durchlaufrichtung der äusseren Spannung gemessen. Im linken Grafen wurde die Messung am Quarz-Testgitter und im rechten Grafen an einer Quarz-Probe mit 10 nm aufgedampfter Goldschicht durchgeführt. Das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  zeigt bei beiden Proben eine Abhängigkeit von der Durchlaufrichtung der äusseren Spannung.

$F_{el} = 0.64 \text{ nN}$ . Diese elektrostatische Kraft kann bei der MRFM-Mikroskopie, bei der es sich um die Detektion von magnetischen Kräften im Attonewtonbereich handelt, störend auf die Güte bzw. Sensitivität des Cantilevers wirken. Deshalb ist zu empfehlen das Kontaktpotenzial während der Messung durch Anlegen einer äusseren Spannung  $U$  permanent zu kompensieren. Bei der Nichtkontakt AFM-Messung, auf die wir im nächsten Abschnitt eingehen, wurde das Kontaktpotenzial  $U_{cpd}$  durch Anlegen einer Spannung  $U$  zwischen Probe und Cantilever kompensiert.

### 3.3.4 Nichtkontakt-AFM-Messungen

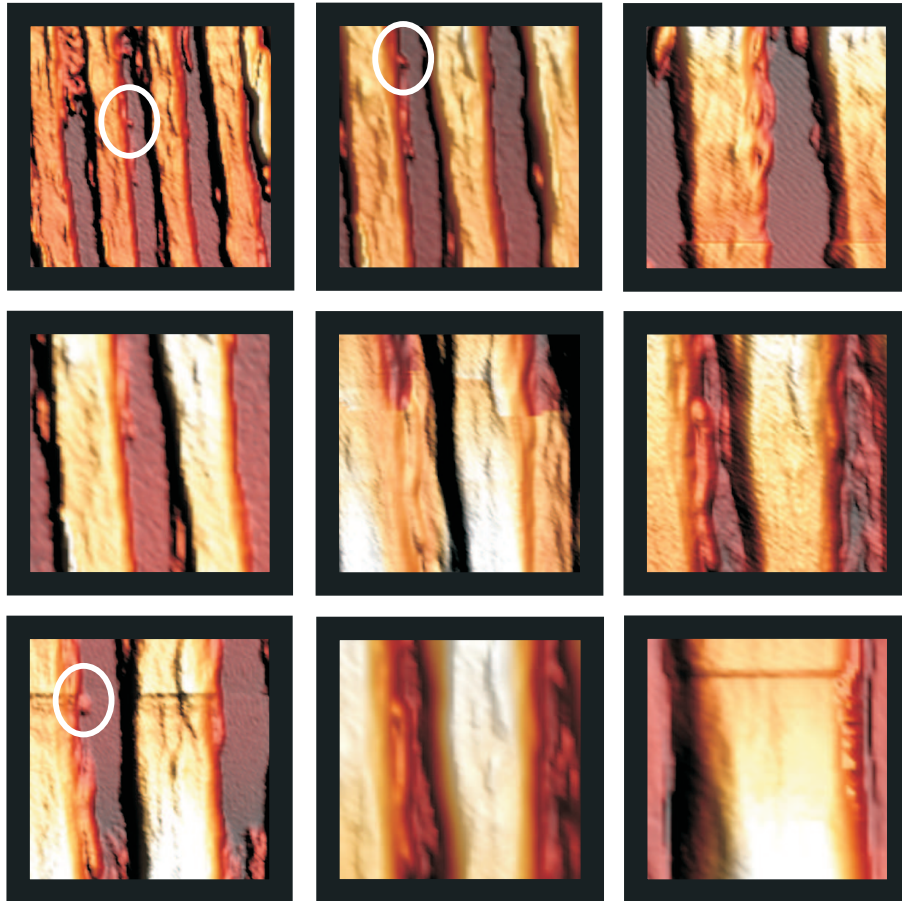
Im Gegensatz zum statischen Modus (Kontakt-Modus) wird bei dynamischem Modus (Nichtkontakt-Modus) der Cantilever mit der COCA über ein Piezoelement resonant selbstoszillierend angeregt. Aufgrund der Wechselwirkung zwischen der Spitze und der Probe verschiebt sich die Resonanzfrequenz des Cantilevers. Für die Nichtkontakt AFM-Messung wurde der Versuchsaufbau in Abbildung 3.6 verwendet.

Bevor die Nichtkontakt-AFM-Messung durchgeführt wurde, wurde die Amplitude des Cantilevers kalibriert. Die Kalibrierung der Amplitude wurde im statischen Modus durchgeführt. Hierbei wurde die Probe mit dem Linearmotor hochgefahren, bis Probe und Cantilever sich berührten. Danach wurde mit dem kalibrierten Piezoröhrchen in  $z$ -Richtung nach oben gefahren und gleichzeitig das  $A-B$ -Signal des 4Q-Detektors aufgezeichnet. Aus der Kalibrierung des Piezoröhrchens wurde die Amplitude des Signals bzw. des Cantilevers bestimmt.

Der Cantilever wurde mit der COCA selbstoszillierend angeregt. Mit dem PI-Regler wurde die Distanz zwischen Cantilever und Probe konstant gehalten. Das Ausgangssignal  $U_z$  des PI-Reglers wurde über einen AD-Wandler vom Computer mit einer im Hause entwickelten Scansoftware Scanit für die topo-



grafische Abbildung der Probenoberfläche aufgenommen. Die Amplitude des Cantilevers lag bei dieser Messreihe zwischen 10 und 20 nm.



**Abbildung 3.15:** Topografische Auflösung eines Silizium-Testgitters mit der Gitterkonstante 2 nm und der Stufenhöhe 1  $\mu$ . Die Messung wurde im Nichtkontakt-Modus bei Raumtemperatur und einem Druck  $p = 1.5 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  durchgeführt. Hierbei wurde mit dem Ausgangssignal des PI-Reglers die Distanz zwischen Cantileverspitze und Probe geregelt. Der Versuchsaufbau dieser Messung ist in Abbildung 3.6 zu sehen.

In Abbildung 3.15 sind einige topografische Untersuchungen einer Silizium-Probe mit der Gitterkonstante von 2  $\mu\text{m}$  und einer Stufenhöhe von 1  $\mu\text{m}$ , dokumentiert.

Die Probe ist im Vergleich zu anderen Silizium-Proben, die bei der Kontakt-AFM-Messungen eingesetzt wurden, ziemlich verunreinigt. In diesen Fall ist dies von Vorteil. Denn durch die Grösse der Verunreinigungspartikeln kann die minimale Auflösungsgrenze des Cantilevers mit einer magnetischen Spitze bestimmt werden. Das weiss eingekreiste Verunreinigungspartikel, das in mehreren topografischen Abbildungen vorkommt, hat einen Durchmesser von weniger als 150 nm. Anhand dieser Abbildungen soll demonstriert werden, dass es möglich ist mit einer präparierten magnetischen Spitze (siehe Abbildung 3.9) Strukturen in der Grössenordnung von kleiner 200 nm im Nichtkontakt-Modus aufzulösen.

In diesem Kapitel wurde mehrfach demonstriert, dass mit einer geklebten magnetischen Spitze des Cantilevers Strukturen bis mindestens  $400\text{ nm}$  sowohl im Kontakt- als auch im Nichtkontakt-AFM-Modus aufgelöst werden können. Sicherlich kann diese Grenze durch Formen der Magnetischen Spitze durch FIB und einige Verbesserungen des Systems, z. B. durch die Montage des Systems auf einen aktiv gedämpften Tisch oder die Verbesserung der Wirbelstromdämpfung des R-AFM-Mikroskops, noch unterboten werden.





## Kapitel 4

# Streifenleitungsantenne

In diesem Kapitel wird das Herstellungsverfahren der Streifenleitungsantennen<sup>1</sup> und die Messungen, die an diesen durchgeführt wurden, diskutiert.

Ziel des Projektes ist die Herstellung von Streifenleitungsantennen mit der Resonanzfrequenz im GHz-Bereich, die bei tiefen Temperaturen (4.2 K) und im Ultrahoch-Vakuum (UHV) einsetzbar sind. Darüber hinaus sollen die Streifenleitungsantennen eine hohe Güte besitzen, die etwa um eine Grössenordnung grösser ist, als die der herkömmlichen Spulen in diesem Frequenzbereich. Die Streifenleitungsantenne soll als Ersatz für die RF-Spule in unserem MRFM-Kraftmikroskop dienen. Bevor wir Herstellungsverfahren und Messresultate der Streifenleitungsantenne diskutieren, wird die für diese Arbeit relevante Theorie der Streifenleitung erläutert.

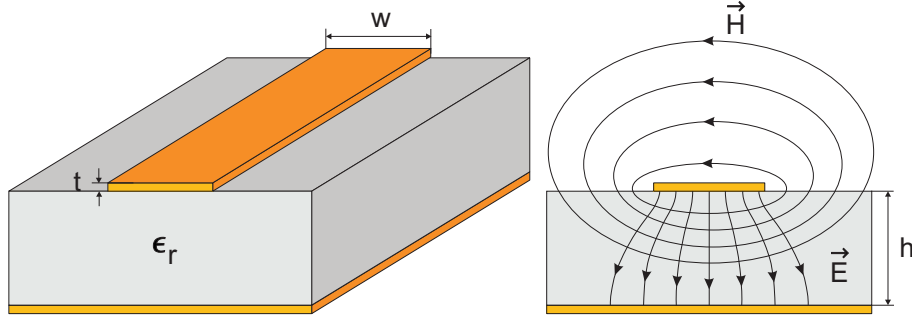
### 4.1 Theorie der Streifenleitung

Die Streifenleitung besteht im Wesentlichen aus einem dünnen Mikrostreifen mit der definierten Breite  $w$ , Länge  $l$  und Dicke  $t$  und einer dazu parallel angeordneten Leiterplatte. Der Zwischenraum zwischen den Leiterplatten ist mit einem Dielektrikum mit der Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_r$  ausgefüllt. Es gibt verschiedene Modelle der Streifenleitung, die in erster Linie der Erhöhung der Übertragungsfunktion, z. B. durch geeignete Abschirmung, dienen. Da wir einen Resonator bzw. eine Streifenleitungsantenne mit der Resonanzfrequenz  $f$ , die im wesentlichen von der Länge  $l$  der Streifenleitung abhängt, im GHz-Bereich herstellen wollen, ist das in der Abbildung 4.1 dargestellte Modell der Streifenleitung für diesen Zweck am Besten geeignet.

Für die Herstellung der Streifenleitung ist die Impedanz  $Z_0$  von entscheidender Bedeutung. Da die RF-Leitungen in der Regel die Impedanz von  $50\Omega$  besitzen, empfiehlt es sich die Impedanz der Streifenleitung diesem Wert anzupassen. Dadurch lassen sich die unerwünschten Leistungsverluste, bedingt durch die Reflexion an den Übergängen zwischen Leitungen unterschiedlicher Impedanz, die zur Erwärmung des Systems führen, reduzieren. Abgesehen davon werden hauptsächlich dielektrische Substrate mit hoher Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_r$  bevorzugt, weil aufgrund der hohen Dielektrizitätskonstante der über-

---

<sup>1</sup>Striplineantennen



**Abbildung 4.1:** Schematische Darstellung einer Streifenleitungsantenne (linkes Bild) und Verlauf der elektrischen und magnetischen Felder der Streifenleitung (rechtes Bild).

wiegende Teil der elektrischen Feldlinien und somit auch der überwiegende Teil der transportierten Leistung im Substrat zwischen der Streifenleitung und der Leiterplatte verlaufen.

#### 4.1.1 Die Quasi-TEM Näherung

Für das Design der Streifenleitung für den RF-Bereich spielt die am meisten benutzte Methode der TEM-Mod (Transverse Electromagnetic) eine entscheidende Rolle [59]. Die Methode der Quasi-TEM-Näherung basiert auf der Annahme, dass der longitudinale Anteil der elektromagnetischen Welle gegenüber dem transversalen Anteil vernachlässigbar klein ist. Bei diesem Modell wird zusätzlich angenommen, dass die Streifenleitung aus zwei parallel angeordneten unendlich langen und dünnen Leiterplatten besteht. Der Raum zwischen ihnen sei von einem homogenen Dielektrikum ausgefüllt.

Um den abrupten Übergang zwischen Dielektrikum und umgebendem Raum zu beschreiben wird bei der Quasi-TEM-Näherung die effektive Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  eingeführt. Hierbei wird angenommen, dass die Streifenleitung von einem homogenen Dielektrikum mit der Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  umhüllt ist. Die Genauigkeit dieser Näherung beträgt 0.2% für  $0.01 \leq w/h \leq 100$  mit  $1 \leq \epsilon_r \leq 128$ , wobei  $w$  die Breite der Streifenleitung und  $h$  die Dicke des Dielektrikums darstellt [60].

Die Methode der Quasi-TEM-Näherung eignet sich für tiefe Frequenzen im RF-Bereich. Abgesehen von der Frequenzabhängigkeit des Dielektrikums, wächst mit steigender Frequenz die longitudinale Komponente der elektromagnetischen Welle und somit verliert die Quasi-TEM Näherung ihre Gültigkeit.

Die Impedanz der Streifenleitung lässt sich durch folgende Gleichung berechnen

$$Z_0 = \frac{R + i\omega L}{k} = \sqrt{\frac{R + i\omega L}{G + i\omega C}} \quad (4.1)$$

Dabei ist  $k$  die Propagations- bzw. Übertragungskonstante,  $R$  der ohmsche Widerstand,  $L$  die Induktivität,  $G$  die Leitfähigkeit und  $C$  die Kapazität der Streifenleitung. In Gleichung (4.1) werden die resistiven und Leitfähigkeitsverluste berücksichtigt. Da diese Verluste im Radiofrequenz- (RF) und Mikrowellenbereich (MW) vernachlässigbar klein sind [59], kann die Impedanz  $Z_0$  näherungs-

weise durch

$$Z_0 = \sqrt{\frac{L}{C}} \quad (4.2)$$

beschrieben werden. Für lediglich zwei parallele Leiterplatten erhält man mit  $L = \mu_0 \mu_r \frac{d}{w}$  und  $C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{w}{d}$  folgenden Ausdruck für die Impedanz  $Z_0$ :

$$Z_0 = \frac{d}{w} \sqrt{\frac{\mu_0 \mu_r}{\epsilon_0 \epsilon_r}} \quad (4.3)$$

$\epsilon_0$  ist die Dielektrizitätskonstante,  $\epsilon_r$  ist die relative Dielektrizitätskonstante,  $\mu_0$  ist die Permeabilität,  $\mu_r$  ist die relative Permeabilität und  $d$  bzw.  $w$  die Länge bzw. die Breite der Streifenleitung

#### 4.1.2 Design der Streifenleitung

Es gibt in der Literatur viele Modelle, die die Streifenleitung näherungsweise beschreiben. In dieser Arbeit wird die Näherungsmethode, die L. Reinhold und P. Bretchko in ihrem Buch „RF Circuite Design-Theory and Application“ vorschlagen, benutzt. Bei dieser Näherungsmethode wird angenommen, dass die Dicke der Streifenleitung  $t$  gegenüber der Dicke des Dielektrikums  $h$  vernachlässigbar klein ist, d.h. es muss die Bedingung  $t/h < 0.005$  erfüllt sein. Damit hängt die Impedanz  $Z_0$  ausschliesslich von der Breite der Streifeleitung  $w$ , der Dielektrikumsdicke  $h$  und von der effektiven Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  ab.

Bei der Herstellung der Streifenleitung mit der Impedanz  $50 \Omega$  wird zwischen zwei Fällen, nämlich  $w/h < 1$  und  $w/h > 1$  unterschieden.

- Für die dünnen Streifenleitungen mit  $w/h < 1$  erhält man folgenden Ausdruck für die Impedanz  $Z_0$ :

$$Z_0 = \frac{Z_f}{2\pi\sqrt{\epsilon_{eff}}} \ln\left(8\frac{h}{w} + \frac{w}{4h}\right) \quad (4.4)$$

Dabei ist  $Z_f = \sqrt{\mu_0/\epsilon_0} \simeq 376.8 \Omega$  die Impedanz der dielektrikumfreien Streifenleitung ( $\epsilon_r = 1$ ). Für die effektive Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  erhält man folgenden Ausdruck.

$$\epsilon_{eff} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left[ \left(1 + 12\frac{h}{w}\right)^{-\frac{1}{2}} + 0.04\left(1 - \frac{w}{h}\right)^2 \right] \quad (4.5)$$

- Für die breiteren Streifenleitungen mit  $w/h > 1$  erhält man für die Impedanz  $Z_0$ .

$$Z_0 = \frac{Z_f}{\sqrt{\epsilon_{eff}} \cdot \left(1.393 + \frac{w}{h} + \frac{2}{3} \ln\left(\frac{w}{h} + 1.444\right)\right)} \quad (4.6)$$

$$\epsilon_{eff} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left(1 + 12\frac{h}{w}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (4.7)$$

Bei bekannter effektiver Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  lässt sich mit Hilfe der Phasengeschwindigkeit  $V_p$ , der Frequenz  $f$  und der Lichtgeschwindigkeit  $c$  die Wellenlänge  $\lambda$  der Streifenleitung berechnen.

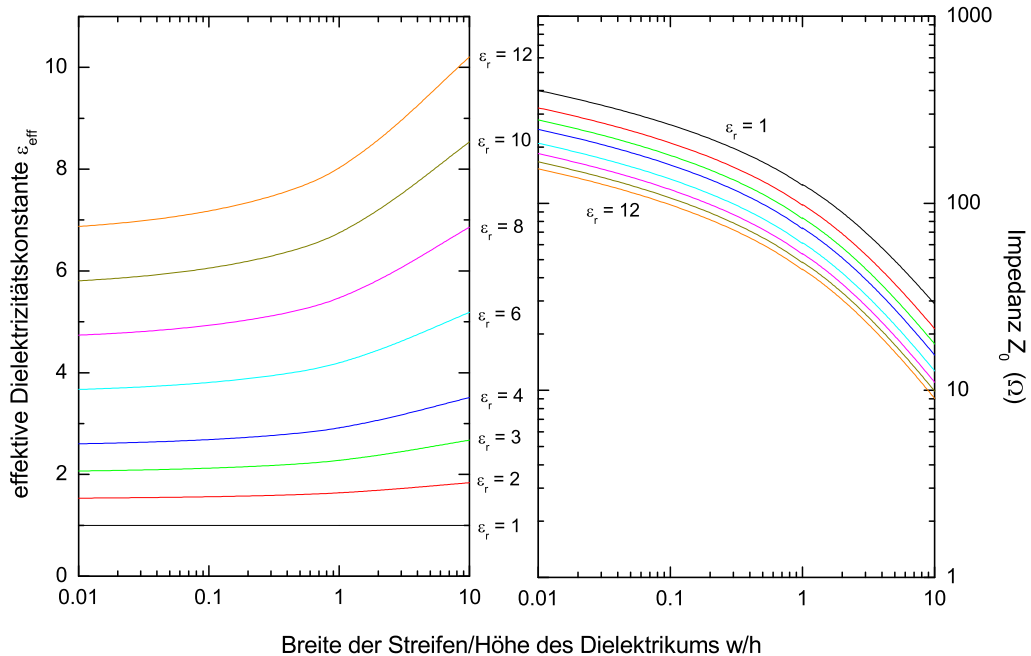
$$\lambda = \frac{V_p}{f} = \frac{c}{f \sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (4.8)$$

In vielen Fällen kann die erwähnte Bedingung  $t/h < 0.005$  nicht erfüllt werden. In solchen Fällen ist die Einführung einer effektiven Streifenleitungsbreite  $w_{eff}$

$$w_{eff} = w + \frac{t}{\pi} \left( 1 + \ln \left( \frac{2a}{t} \right) \right), \quad (4.9)$$

mit dem Parameter  $a = h$  für  $2t < h/2\pi < w$  und  $a = 2\pi w$  für  $2t < w < h/2\pi$ , notwendig [61].

Mit den Gleichungen (4.4-4.7) wurde die effektive Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  und die charakteristische Impedanz  $Z_0$  für einige für uns interessante Werte für die relative Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_r$  in Abhängigkeit des Verhältnisses zwischen der Breite der Streifenleitung und der Höhe des Dielektrikums  $w/h$  berechnet. Das Ergebnis wird in Abbildung 4.2 illustriert.



**Abbildung 4.2:** Das Verhalten der effektiven Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  bzw. der charakteristischen Impedanz  $Z_0$  für verschiedene relative Dielektrizitätskonstanten  $\epsilon_r$  in Abhängigkeit  $w/h$ .

Die Abbildung 4.2 dient in erster Linie der Orientierung beim Design der Streifenleitungsentenne, z. B. wurde bei bekannter Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_r$ , Höhe  $h$  des Dielektrikums und der Impedanz  $Z_0 = 50 \Omega$  das Verhältnis  $w/h$  und somit die Breite der Streifenleitung abgeschätzt.

## 4.2 Herstellung von Streifenleitungsantennen

Für die Herstellung von Striplineantennen standen verschiedene ultrahochvakuum- und tieftemperaturtaugliche Substrate zur Verfügung, die in der nachfolgenden Tabelle aufgelistet sind.

Substrat:	Saphir	Macor	$Al_2O_3$ (99.7%)	$SrTiO_3$	organ. Keramik	Keramik
$\epsilon_r$	10.0	6.0	10.0	300.0	10.0	9.8

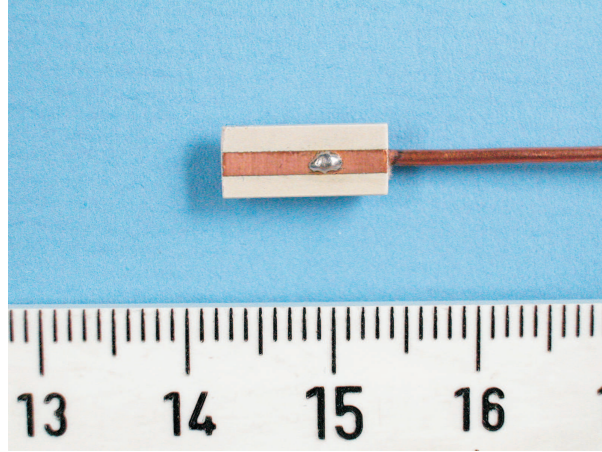
**Tabelle 4.1:** Die Dielektrizitätskonstanten der Substrate, die bei der Herstellung von Streifenleitungsantennen benutzt werden.

Da die Substrate Saphir, Macor, Rubalit  $Al_2O_3$  (99.7%) und Strontiumtitanat ( $SrTiO_3$ ) in grösseren Stücken vorhanden waren, wurden sie in für unsere Anwendung geeignete kleinere Stücke geschnitten. Anschliessend wurde die Rückseite der Substrate gänzlich mit dünnem Leitsilber bestrichen. Auf der Vorderseite der Substrate wurden die Streifenleitungen mit der passenden Breite  $w$  konstruiert. Zum Aushärten der Streifenleitung wurden die Substrate im Ofen getempert. Hierbei wurde die Temperatur von  $30^\circ\text{C}$  auf  $750^\circ\text{C}$  in 2 Stunden hochgefahren; bei  $750^\circ\text{C}$  wurde das Leitsilber 2 Stunden ausgehärtet und anschliessend wurde der Ofen ausgeschaltet. Bei der Wahl der Temperaturrampe ist zu beachten, dass die Heizphase nicht zu kurz gewählt wird. Denn durch das Erhitzen entstehen mechanische Spannungen in den Substraten, und wenn man ihnen nicht genug Zeit zum Relaxieren gewährt, führt dies unweigerlich zum Bruch des Substrates.

Als weitere Substrate standen organische und anorganische Keramiken zur Verfügung. Bei der organischen Keramik handelt es sich um eine Mischung aus Teflon (Polytetrafluoroethylen) und Kohlenstofffasern. Sie wurde von der Firma Taconic International Ltd als mit dünner ( $18 \mu\text{m}$  und  $35 \mu\text{m}$ ) Kupferfolie beschichtete Printplatte (CER-10-0620-C1 und CER-10-1250-CH) geliefert. Das keramische Substrat (TMM 10I und TMM 10i) war ebenfalls von beiden Seiten mit dünner Kupferfolie beschichtet und wurde von der Firma Rogers Corporation bezogen. Die Strukturierung der Streifenleitungen dieser Proben wurden mit Hilfe des Lift-Off- und des anschliessenden Ätzverfahrens vorgenommen. Bei der Berechnung der Dimensionen der Streifenleitungen aller Substrate wurden die Gleichungen (4.4-4.7) herangezogen.

In Abbildung 4.3 wird eine Streifenleitungsentenne aus Keramik, die mit der oben beschriebenen Methode hergestellt wurde, repräsentativ vorgestellt. Für die Einspeisung der Streifenleitungsentenne ist ein Koaxialkabel (SM 47-Cu, Hersteller: Huber+Suhner AG) benutzt worden. Hierbei wurde an einem

Ende des Koaxialkabels die mittlere Leitung bzw. die äussere Abschirmung mit der Streifenleitung bzw. der unteren Leiterplatte der Antenne kontaktiert und am anderen Ende des Koaxialkabels ein SMA-Stecker (Hersteller: Huber+Suher AG) angebracht.



**Abbildung 4.3:** Mit dem Lift-Off- und Ätzverfahren hergestellte Streifenleitungsantenne aus Keramik versehen mit Kupferelektroden. Die Einspeisung wird über ein Koaxialkabel, an dessen Ende ein SMA-Stecker montiert ist, gewährleistet.

### 4.3 Messresultate

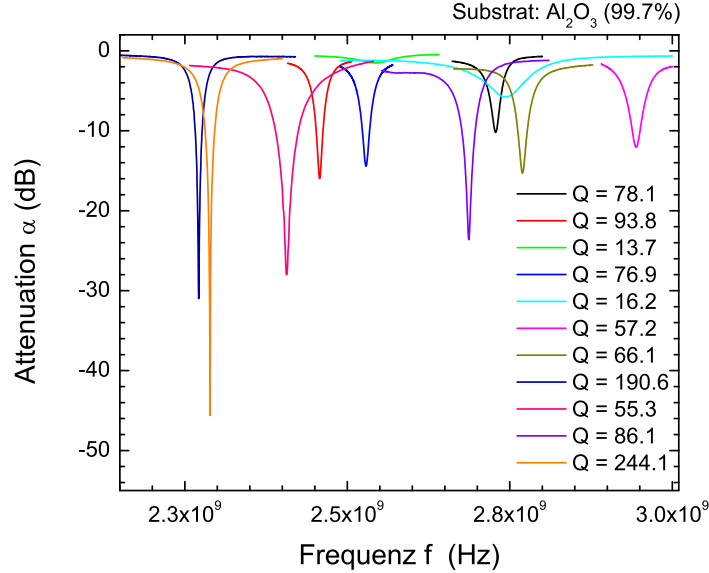
Mit den oben beschriebenen Herstellungsmethoden wurden einige Streifenleitungsantennen angefertigt. Für die erste Charakterisierung der Streifenleitungsantennen bezüglich ihrer Güte  $Q$  und Resonanzfrequenz  $f$  wurde ihr Reflexionsspektrum mit dem Network-Analyser (HP 8752) aufgenommen. In Abbildung 4.4 sind die Spektren einiger Streifenleitungsantennen, die Rubalit als Dielektrikum besitzen, repräsentativ vorgestellt.

Die Güte  $Q$  eines Resonators mit der Frequenz  $f$  ist eine dimensionslose Grösse für das Verhältnis zwischen der im Resonator gespeicherten Energie und der nach einer Oszillationsperiode  $T = 1/f$  dissipierten Energie. Die Güte  $Q$  lässt sich durch

$$Q = \frac{\omega}{2\Delta\omega} = \frac{f}{2\Delta f} \quad (4.10)$$

berechnen, wobei  $\Delta f$  die Bandbreite des Resonators angibt. Mit Hilfe der Gleichung (4.10) wurden die Güten der in Abbildung (4.4) dargestellten Streifenleitungsantennen berechnet. Die mit der eben beschriebenen Methode bestimmten Güten der Streifenleitungsantennen nehmen Werten zwischen 20 und 250 an. Die hohe Güte bei einigen der Streifenleitungen ist auf die gute Anpassung der Streifenleitungslänge  $l$  und -breite  $w$  an die Dicke  $d$  des Dielektrikums zurückzuführen.

Abgesehen davon besitzen die gelungenen Streifenleitungsantennen, wie es am Beispiel der Antenne in Abbildung 4.5 zu sehen ist, eine Impedanz von  $50 \Omega$ .



**Abbildung 4.4:** Reflexionsspektren einiger Streifenleitungsantennen und die daraus resultierenden Güten  $Q$ .

In dieser Abbildung ist gut zu sehen, dass Resonanz- und Impedanzpeak gegeneinander leicht verschoben sind. Dieser Effekt ist vermutlich auf die kapazitive bzw. induktive Kopplung der Streifenleitung zurückzuführen.

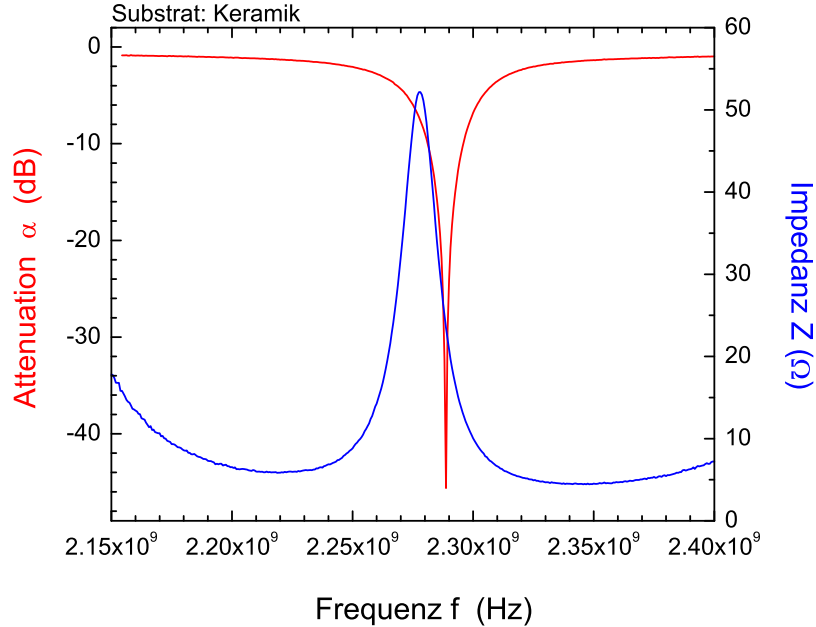
Bei einigen Streifenleitungsantennen konnte die Resonanzfrequenz  $f$  nicht gut getroffen werden. Dies ist vermutlich auf die Ungenauigkeit der Geometrie der Streifenleitung bei der Herstellung zurück zu führen. Die Ungenauigkeit der Länge  $l$  und der Breite  $w$  der Streifenleitung liegt beim Ätzverfahren im Bereich  $\pm 0.05\text{mm}$ .

In Abbildung 4.7 wird demonstriert, wie durch Kürzung der Länge  $l$  der Streifenleitung mit einem Skalpell die Resonanzfrequenz  $f$  und die Güte  $Q$  der Streifenleitungsantenne nachträglich optimiert wurde (linkes Bild). Im rechten Bild wurde die Resonanzfrequenz  $f$  der Streifenleitungsantenne in Abhängigkeit der Länge  $l$  der Streifenleitung aufgetragen. Die Daten wurden mit der Gleichung (4.8) gefittet, um daraus die effektive Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff}$  zu bestimmen.

$$f = \frac{c}{2l\sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (4.11)$$

Für die erste Schwingungsmode der Streifenleitungsantenne wurde die Wellenlänge  $\lambda = 2l$  eingesetzt und aus dem Fittparameter  $a$  wurde die effektive Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff} = 1.60$  bestimmt. Diese stimmt allerdings mit der nach der Gleichung (4.5) berechneten effektiven Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{eff} = 6.74$  nicht überein.

In der Tabelle 4.2 sind die Dimensionen der Streifenleitungsantennen und die Güte  $Q$  einiger gelungener Antennen zusammengestellt.



**Abbildung 4.5:** Spektrum einer Streifenleitungsantenne aus Keramik mit der Güte  $Q = 244.1$  deren Impedanz  $Z_0$  auf  $50 \Omega$  angepasst wurde.

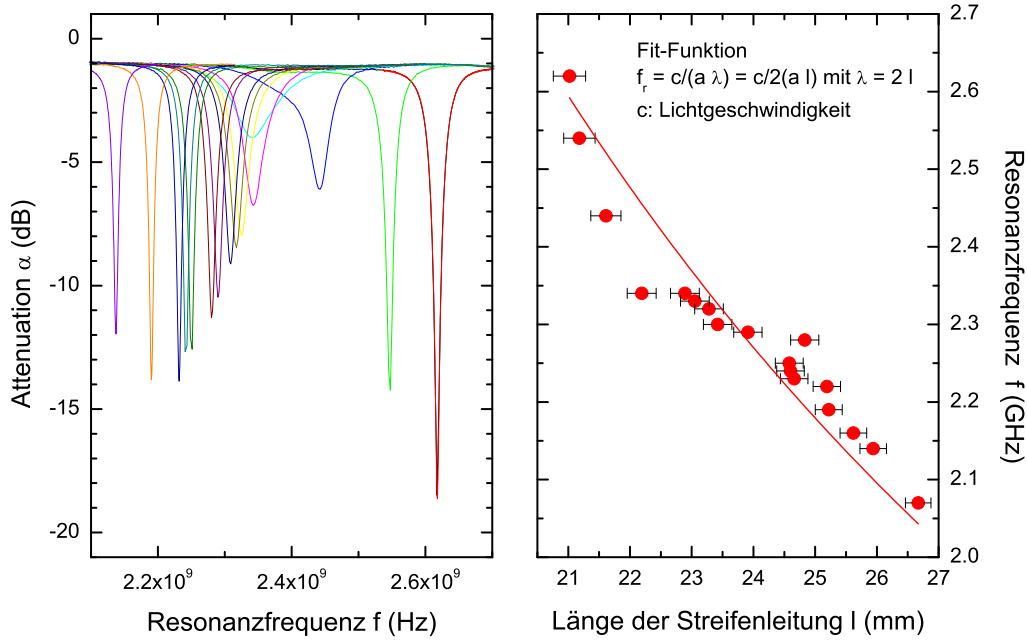
Die GPIB-Antenne ist kommerziell erhältlich. In der Tabelle 4.2 ist zu sehen, dass einige der hergestellten Antennen eindeutig bessere Güten aufweisen als die GPIB-Antenne. Die GPIB- und einige andere kommerziell erhältliche Antennen für den Gigahertz-Bereich sind für unsere Anwendung zu gross und können in unserem MRFM-Mikroskop als Ersatz für die RF-Spule nicht eingebaut werden.

Um das Abstrahlungsverhalten der Streifenleitungsantennen zu untersuchen, wurden zwei Antennen parallel zueinander im Abstand von etwa  $5.0 \text{ mm}$  aufgestellt. Bei dieser Anordnung diente eine Antenne als Sender und die andere als Empfänger. Die Resonanzfrequenz der Sendeantenne beträgt  $2.69 \text{ GHz}$  und die der Empfängerantenne beträgt  $2.73 \text{ GHz}$ . Für die Messung des Transmissionsspektrums ist zu beachten, dass die Resonanzfrequenzen der verwendeten Antennen ungefähr übereinstimmen, denn sonst wäre mit dieser Anordnung die Messung des Transmissionsspektrums nicht möglich. Das Ergebnis dieser Messung ist in der Abbildung 4.7 dargestellt. Es ist deutlich zu sehen, dass die Emissions- und Absorptionsfrequenzen sehr gut übereinstimmen. Mit dieser Messung wird qualitativ demonstriert, dass die Streifenleitungsantennen eine elektromagnetische Welle mit der Resonanzfrequenz der Antenne abstrahlen.

#### 4.3.1 Leistungsverlustmechanismen der Streifenleitung

Für den Leistungsverlust der Streifenleitungsantennen kommen im wesentlichen die folgende Mechanismen in Frage:





**Abbildung 4.6:** Spektrum einer Streifenleitungsantenne aus Rubalit. Durch Kürzung der Länge  $l$  der Streifenleitung wurden die Resonanzfrequenz und die Güte der Streifenleitungsantenne optimiert.

- Leitungsverlust der Streifenleitung
- Verlust im Dielektrikum
- Abstrahlungsverlust

Beim Leitungsverlust und dem Verlust im Dielektrikum handelt es sich um dissipative Mechanismen. Diese Mechanismen können durch den Dämpfungskoeffizienten  $\alpha$  der Streifenleitungsantenne, auf den wir nun genauer eingehen, berechnet werden. Beim Abstrahlungsmechanismus der Streifenleitungsantenne dagegen handelt es sich um einen parasitären Effekt, der zur unerwünschten Erwärmung des Systems beiträgt.

Die Güte der Streifenleitungsantenne ohne Berücksichtigung der eben erwähnten dissipativen Mechanismen in Analogie zur Gleichung (4.10) hängt folgendermassen

$$Q = \frac{\omega_0 U}{P} . \quad (4.12)$$

von der gespeicherten Energie  $U$  und dem durchschnittlichen Leistungsverlust  $P$  pro Zyklus ab.

T. C. Edward [59] leitet den Zusammenhang zwischen der Güte und dem Dämpfungskoeffizienten  $\alpha$  einer Streifenleitungsantenne für  $Z_0 = \sqrt{L/C}$  wie

Substrat	$h$ [mm]	$w$ [mm]	$l$ [mm]	$f$ [GHz]	$Z_0$ [ $\Omega$ ]	$\alpha$ [dB]	$Q$
$SrTiO_3$	1.00	3.00	10.00	2.13	17.0	-6.5	70.5
Saphir	0.60	0.50	10.00	2.48	35.5	-12.5	27.7
Rubalit 1	1.70	1.70	23.55	2.31	51.3	-47.2	265.7
Rubalit 2	1.70	1.69	20.19	2.69	56.7	-24.5	150.5
org. Keramik	3.30	3.20	19.90	2.53	48.9	-37.8	185.5
Keramik	1.60	1.45	12.45	2.29	50.0	-45.5	244.1
GPIB	–	–	–	1.59	52.5	-31.7	150.1

**Tabelle 4.2:** Dimensionen, Impedanz  $Z_0$ , Dämpfung  $\alpha$  und Güte  $Q$  einiger Streifenleitungsantennen verschiedener Substrate.

folgt her.

$$Q = \frac{\omega_0 \sqrt{LC}}{R/Z_0 + GZ_0} \quad (4.13)$$

Mit  $\beta = \omega \sqrt{LC} = 2\pi/\lambda$  und  $\alpha_v = R\sqrt{L/C} = R/Z_0 = GZ_0$  erhält man:

$$Q = \frac{\pi}{\alpha_v \lambda} \quad \text{bzw.} \quad \alpha_v = \frac{\pi}{Q\lambda} \quad (4.14)$$

Hierbei wird die Dimension des Dämpfungskoeffizienten  $\alpha_v$  in Newton pro Meter  $N/m$  angegeben. In der Literatur ist es aber üblich  $\alpha$  in Dezibel  $dB$  anzugeben. Deshalb wird die Gleichung (4.14) um den Faktor 8.686  $l$  erweitert, wobei  $l$  die Länge der Streifenleitungsantenne darstellt.

$$\alpha_v(l) = 8.686 \frac{\pi l}{Q\lambda} \quad (4.15)$$

#### 4.3.1.1 Leitungsverlust der Streifenleitung

In der Literatur findet man einige Quellen, mit denen sich der Leitungsverlust der Streifenleitung berechnen lässt. Die meist verwendete Formel stammt allerdings von E. O. Hammerstad und F. Bekkadal [62].

$$\alpha_l = 0.072 \frac{\sqrt{f}}{wZ_0} \lambda \quad (4.16)$$

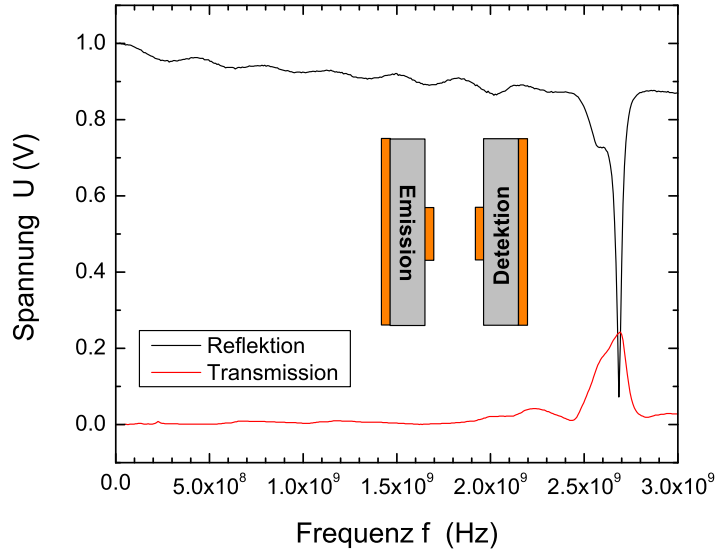
Hierbei ist zu beachten, dass in diesem Ausdruck die Dimension der Resonanzfrequenz  $f$  der Streifenleitung in  $GHz$  einzusetzen ist.

#### 4.3.1.2 Verlust im Dielektrikum

K. C. Gupta, E.O. Hammerstad und F. Bekkadal [63, 62] leiteten folgende Beziehung für den Verlust im Dielektrikum der Streifenleitung her.

$$\alpha_d = 27.3 \frac{\epsilon_r(\epsilon_{eff} - 1)\tan\delta}{\epsilon_{eff}(\epsilon_r - 1)\lambda} \quad (4.17)$$

$\tan\delta$  ist der substratspezifische Verlust, wobei in den meisten Fällen  $\tan\delta = 10^{-3}$  oder gar kleiner ist. Für die Näherung  $\epsilon_{eff} \approx \epsilon_r$  erhält man  $\alpha_d \approx$



**Abbildung 4.7:** Zwei Streifenleitungsantennen, eine als Sender und die andere als Empfänger, wurden im Abstand von einigen mm parallel zueinander aufgestellt. Mit dem Network Analyzer (HP 8752A) wurden die Reflexions- und das Transmissionspektren der Antennen gemessen.

0.027 dB/ $\lambda$ .

Der Leitungsverlust  $\alpha_l$  ist in der Regel um etwa eine Grössenordnung grösser als der Dielektrikumsverlust  $\alpha_d$  [59].

#### 4.3.1.3 Abstrahlungsverlust

Die abrupten Diskontinuitäten, z. B. das offene Ende der Streifenleitung oder der Übergang zwischen Dielektrikum und dielektrikumfreiem Raum, führen unweigerlich zum Abstrahlungsverlust. Da diese Diskontinuitäten in der Regel zur Struktur der Streifenleitung gehören, sind die Abstrahlungsverluste unvermeidbar. Die Leitfähigkeit  $G_r$  ist näherungsweise durch die Gleichung

$$G_r Z_0 \approx \frac{4\pi h w_{eff}}{3\lambda_0^2 \sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (4.18)$$

gegeben.  $\lambda_0 = \sqrt{\epsilon_{eff}} \lambda$  ist die Wellenlänge der dielektrikumfreien Streifenleitung. Aus der Leitfähigkeit  $G_r$  kann der Ohm'sche Widerstand  $R$  berechnet werden. So lässt sich bei bekanntem Strom in der Streifenleitung näherungsweise die abgestrahlte Leistung bestimmen.

Nach der Gleichung (4.15) wurden die Dämpfungskoeffizienten  $\alpha_v$  der in der Tabelle 4.2 aufgelisteten Streifenleitungsantennen berechnet. Hierbei wurde die Wellenlänge  $\lambda/2 = l$  für die ersten Schwingungsmode der Streifenleitungsantenne eingesetzt. Der Dämpfungskoeffizient  $\alpha_v$  nimmt Werte zwischen 0.06 dB für

$SrTiO_3$	Saphir	Rubalit 1	Rubalit 2	org. Keramik	Keramik	GPIB
0.19	0.49	0.06	0.09	0.07	0.05	0.09

**Tabelle 4.3:** Die Dämpfungskoeffizienten  $\alpha_v$  (dB) der in der Tabelle 4.2 aufgelisteten Streifenleitungsantennen.

gelungene und 0.49 dB für nicht gelungene Streifenleitungsantennen an. Bei nicht gelungenen Streifenleitungsantennen handelt es sich um Antennen bei denen die Impedanz von  $50 \Omega$  und die Streifenbreite  $w$  nicht genau getroffen wurden. Mit dieser Untersuchung soll gezeigt werden, dass sich der Dämpfungsverlust durch Optimierung der Geometrie und die  $50\Omega$ -Anpassung der Impedanz der Streifenleitung auf 0.6% reduzieren lässt.

#### 4.4 Bemerkung

Die Elektronen-Spin-Resonanz-Messung (ESR) ist eine Weiterführung der Arbeit vom Herrn Dr. Gysin [10]. In dieser Arbeit wurde die ESR-Messung mit einer handgewickelten Spule mit einem Durchmesser im Sub-Millimeterbereich und einer Resonanzfrequenz von etwa  $1.5 \text{ GHz}$  durchgeführt. Deshalb wird es in der Theorie und Auswertung des nächsten Abschnitts einige unausweichliche Überschneidungen geben.

Mit den Streifenleitungsantennen wurde die Resonanzfrequenz gegenüber der handgewickelten Spule um  $\sim 1 \text{ GHz}$  erhöht. Die Streifenleitungsantennen haben eine Güte, die mindestens eine Größenordnung besser ist als die Güte einer handgewickelten Spule. Die Ergebnisse der ESR-Messungen, die mit Streifenleitungsantennen durchgeführt wurden, werden im nächsten Abschnitt diskutiert. Bevor wir auf die Ergebnisse der ESR-Messung eingehen, wird die Theorie der Elektronen-Spin-Resonanz-Spektroskopie kurz angeschnitten.

#### 4.5 Theorie der ESR-Spektroskopie

Besitzen die zu untersuchenden Moleküle jeweils ein ungepaartes Elektron, so können ihre Energieniveaus durch ein äusseres magnetisches Feld aufgespalten werden. Dies ist eine Folge der Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Spinmoment  $S$  des Elektrons und dem äusseren Magnetfeld  $B$ . Die Energiedifferenz  $\Delta E$  zwischen zwei aufgespaltenen Niveaus ist proportional zum angelegten Magnetfeld  $B$ .

$$\Delta E = g\mu_B B \cdot \Delta S \quad (4.19)$$

Hierbei ist  $\mu_B = \frac{e\hbar}{2m_e} = 9.27 \times 10^{-24} \text{ Am}^2$  das Bohr'sche Magneton,  $S = \pm \frac{1}{2}$  die Spinquantenzahl des Elektrons,  $g = 2.002232$  (für Protonen:  $g_p = 5.58$ , für Neutronen:  $g_N = -3.82$ ) bzw.  $g \approx 2$  der Landé-Faktor (g-Faktor) für das freie Elektron bzw. für die meisten Radikale [64] und  $B$  das äussere Magnetfeld.

Durch resonante Einstrahlung von Photonen mit einem magnetischen Störfeld  $B_1$  mit der Energie  $\hbar\omega = \Delta E$  senkrecht zum äusseren Magnetfeld  $B$

können Übergänge zwischen den aufgespaltenen Energieniveaus induziert werden. Mit dieser Resonanzbedingung lässt sich die Gleichung (4.20) in folgender Form schreiben.

$$\omega = \left( g \frac{e}{2m_e} \right) B = \gamma B \quad (4.20)$$

Dabei ist  $\gamma = 1.759 \times 10^{11} \text{ T}^{-1} \text{ s}^{-1}$  das gyromagnetische Verhältnis,  $e = 1.602 \times 10^{-19} \text{ C}$  bzw.  $m_e = 9.109 \times 10^{-31} \text{ kg}$  die Ladung bzw. die Masse des Elektrons und  $\omega$  ist die Larmor-Frequenz.

Der hergeleitete Formalismus gilt natürlich nicht nur für Elektronen, sondern für alle Fermionen. Zur Klasse der Fermionen gehören alle Elementarteilchen, die einen halbzahligen Spin besitzen, dazu zählen ausser Elektronen z.B. Protonen, Neutronen, usw. Da die Fermionen unterschiedliche Masse, elektrische Ladungen und gyromagnetische Verhältnisse haben, müssen diese in Gleichung (4.20) durch die zugehörigen Grössen ersetzt werden. Sind allerdings bei der resonanten Anregung ausschliesslich Elektronen beteiligt, so spricht man von Elektronen-Spin-Resonanz-Spektroskopie (ESR).

#### 4.5.1 Die Bloch'schen Gleichungen

Durch Anlegen eines äusseren Magnetfeldes an eine paramagnetische Probe mit der Suszeptibilität  $\chi > 0$  präzediert die Magnetisierung  $\vec{M}$  der Probe mit der Larmor-Frequenz  $\omega_L$  um das äussere Magnetfeld  $\vec{B}$ . Im Folgenden nehmen wir an, dass das äussere  $\vec{B}$ -Feld in z-Richtung des kartesischen Koordinatensystems zeigt. Durch die Bloch'sche Gleichung wird die Präzessionsbewegung der Magnetisierung  $\vec{M}$  der Probe um das äussere Magnetfeld  $\vec{B}$  beschrieben.

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = \gamma \vec{M} \times \vec{H} \quad (4.21)$$

F. Bloch beschreibt das zeitliche Verhalten der Magnetisierung nach dem Ausschalten des äusseren Polarisationsfeldes  $\vec{H}$  durch [65]:

$$\frac{dM_x}{dt} = -\frac{M_x}{T_2}, \quad \frac{dM_y}{dt} = -\frac{M_y}{T_2}, \quad \frac{dM_z}{dt} = \frac{M_z - M_0}{T_1} \quad (4.22)$$

$T_1$  beschreibt die Relaxationszeit der transversalen Magnetisierung in z-Richtung und  $T_2$  die Relaxationszeit der longitudinalen Magnetisierung in x- und y-Richtung. Die Anisotropie des Substrates in der x-y-Ebene rechtfertigt diese Annahme.  $M_0 = \chi H_0$  ist die Magnetisierung der Probe in Gegenwart eines Magnetfeldes  $H_0$  [65]. F. Bloch leitet für die drei Komponenten der Magnetisierung  $\vec{M}$  in x-, y- und z-Richtung des kartesischen Koordinatensystems folgende Differentialgleichung her.

$$\dot{M}_x - \gamma(M_y H_z - M_z H_y) + \frac{1}{T_2} M_x = 0 \quad (4.23)$$

$$\dot{M}_y - \gamma(M_z H_x - M_x H_z) + \frac{1}{T_2} M_y = 0 \quad (4.24)$$

$$\dot{M}_z - \gamma(M_x H_y - M_y H_x) + \frac{1}{T_1} M_z = \frac{1}{T_1} M_0 \quad (4.25)$$

A. Abragam transformiert die Bloch'schen Differentialgleichungen in ein um das homogene Magnetfeld  $\vec{H}$  mit der Frequenz  $\omega$  rotierendes Koordinatensystem [40]. Die Lösung der Bloch'schen Differentialgleichungen im rotierenden Koordinatensystem lautet:

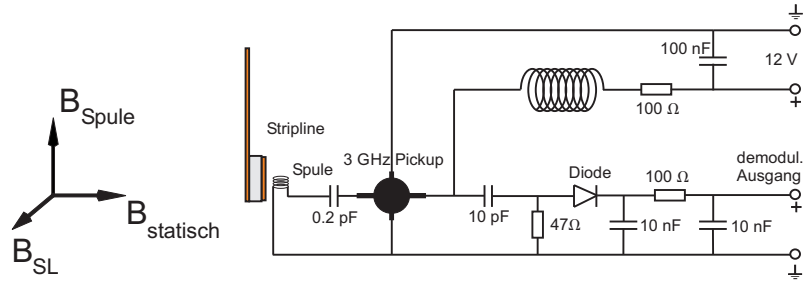
$$\tilde{M}_x(H_1, \omega) = \frac{(\omega - \omega_0)\gamma H_1 T_2^2}{1 + (T_2(\omega - \omega_0))^2 + \gamma^2 H_1^2 T_1 T_2} M_0 \quad (4.26)$$

$$\tilde{M}_y(H_1, \omega) = \frac{\gamma H_1 T_2}{1 + (T_2(\omega - \omega_0))^2 + \gamma^2 H_1^2 T_1 T_2} M_0 \quad (4.27)$$

$$\tilde{M}_z(H_1, \omega) = \frac{1 + (T_2(\omega - \omega_0))^2}{1 + (T_2(\omega - \omega_0))^2 + \gamma^2 H_1^2 T_1 T_2} M_0 \quad (4.28)$$

#### 4.5.2 EPR-Messungen

Für die EPR<sup>2</sup>-Messung mit den Streifenleitungsantennen wurde ein Schaltkreis für den Frequenzbereich der Streifenleitungsantennen basierend auf Schaltkreise, die in früheren Arbeiten benutzt wurden, entwickelt [10, 66]. Mit diesem Schaltkreis können Frequenzspektren bis 3.0 GHz gemessen werden. Bei den alten Schaltkreisen konnten dagegen nur Frequenzspektren bis 1.5 GHz gemessen werden. Das Schema der neu hergestellten Schaltung ist in Abbildung 4.8 dargestellt.

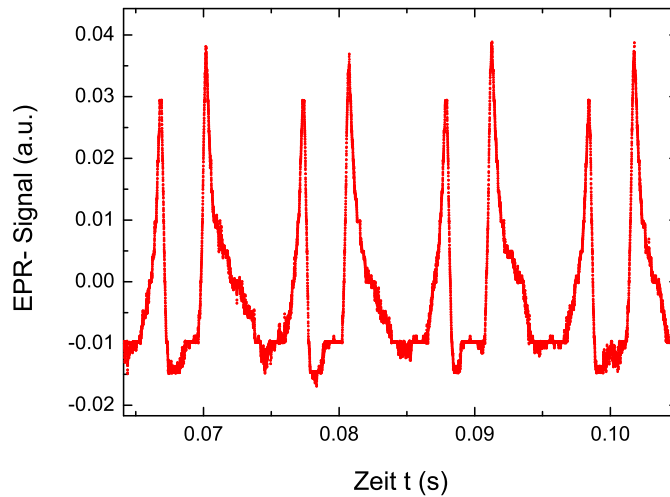


**Abbildung 4.8:** Schaltung für die Detektion des EPR-Signals der Streifenleitungsantenne. Der Verstärker kann Frequenzen bis 3.0 GHz detektieren. Das Magnetfeld der Spule  $B_{Spule}$ , das Magnetfeld der Streifenleitungsantenne  $B_{SL}$  und das statische Magnetfeld  $B$  bilden ein orthogonales System.

In der Detektionsspule wurde DPPH (Diphenylpicrylhydrazyl:  $C_{18}H_{12}N_5O_6$ ) in ein Glasröhrchen mit einem Durchmesser von 0.5 mm platziert. Im Abstand von einigen Millimetern von der Detektionsspule wurde die Streifenleitungsantenne montiert. Die ganze Anordnung wurde in einen wassergekühlten Magneten, der ein maximales Magnetfeld von 1.5 T erzeugen kann, eingebaut. Dabei ist zu beachten, dass die Magnetfelder der Spule, der Streifenleitungsantenne und das statische Magnetfeld ein orthogonales System bilden. Um das EPR-Signal sichtbar machen zu können, wurde das statische Magnetfeld durch zwei parallel zu einander angeordnete Spulen mit einem

<sup>2</sup>englisch: Electron Paramagnetic Resonance

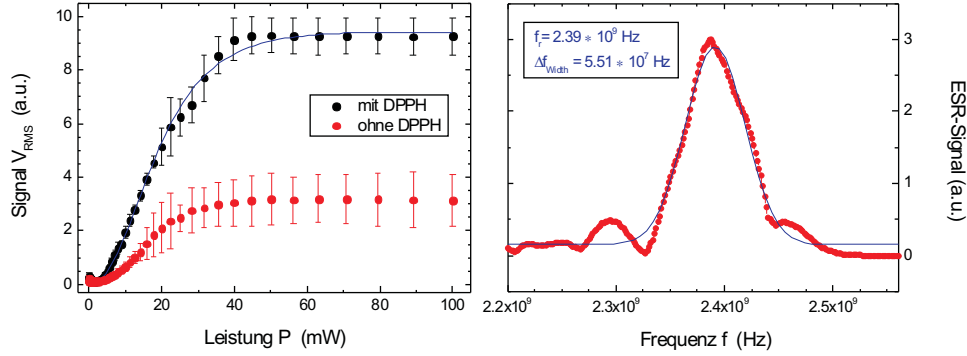
Durchmesser von  $3\text{ cm}$  in einem Abstand von ebenfalls  $3\text{ cm}$  (nach Helmholtz) mit einem Spannungsgenerator mit der Frequenz  $95\text{ Hz}$  und der Amplitude  $10\text{ V}$  moduliert. Die Modulationsspulen wurden im statischen Magnetfeld so montiert, dass die Orientierung des Modulationfeldes der Spulen parallel bzw. antiparallel zum statischen Magnetfeld war. Mit den Modulationsspulen konnte ein magnetisches Wechselfeld bis zu  $50\text{ G}$  erzeugt werden. Mit der Streifenleitungsantenne, die mit einem Funktionsgenerator verbunden war, wurde in die DPPH-Probe eingestrahlt. Das statische Magnetfeld wurde langsam über die Resonanzbedingung  $\omega = \gamma B$  gefahren und das ESR- bzw. EPR-Signal wurde gemessen. Dabei ist  $\omega$  die Resonanzfrequenz der Streifenleitungsantenne. Das Absorptionsspektrum der Detektionsspule wurde über den demodulierten Ausgang des ESR-Schaltkreises mit einem Lock-In-Verstärker gemessen. Das Ergebnis dieser Messung ist in Abbildung 4.9 zu sehen.



**Abbildung 4.9:** Typisches Absorptionsspektrum der DPPH-Probe. Das EPR-Signal wurde bei einem äusseren Magnetfeld  $B = 841\text{ G}$  aufgenommen.

Bei dieser Messung wurde eine Streifenleitungsantenne aus Keramik mit einer Resonanzfrequenz  $f = 2.426\text{ GHz}$  benutzt. Für die EPR-Resonanzbedingung  $\omega = \gamma B$  ist ein Magnetfeld  $B = 866.6\text{ G}$  erforderlich. Das in Abbildung 4.9 dargestellte EPR-Signal wurde bei einem äusseren Magnetfeld  $B = 841\text{ G}$  aufgenommen. Das statische Magnetfeld  $B$  wurde mit einer Hall-Sonde, die in unmittelbarer Nähe der Streifenleitungsantenne und der Detektionsspule montiert war, gemessen. Die selbe Messung wurde auch mit der kommerziell erhältlichen GPIB-Antenne durchgeführt. Das äussere Magnetfeld wurde mit der Frequenz  $f = 65\text{ Hz}$  und der Amplitude  $A = 10\text{ V}$  moduliert. Die Resonanzfrequenz der GPIB-Antenne beträgt  $f = 1.586\text{ GHz}$ . Diese entspricht für die Resonanzbedingung einem Magnetfeld  $B = 566.6\text{ G}$ . Das EPR-Signal wurde in diesem Fall bei einem äusseren Magnetfeld  $B = 528\text{ G}$  beobachtet.

Unter der Annahme, dass das äussere Magnetfeld  $B$  mit der Hall-Sonde mit 10%-tiger Genauigkeit gemessen werden kann, stimmen die Ergebnisse mit den theoretischen Werten überein.



**Abbildung 4.10:**  $V_{RMS}$ -Signal in Abhängigkeit der eingestrahnten Leistung mit und ohne DPPH (linkes Bild) und das ESR-Signal in Abhängigkeit der Anregungsfrequenz der Streifenleitungsantenne bei einem äusseren Magnetfeld  $B = 841$  G gemessen (rechtes Bild).

Abgesehen davon wurde das EPR-Signal mit einem Lock-In-Verstärker über den demodulierten Ausgang des EPR-Schaltkreises in Abhängigkeit der Anregungsleistung der Streifenleitungsantenne mit und ohne DPPH-Probe in der Detektionsspule gemessen.

Die Anregungsleistung  $P$  ist proportional zum magnetischen Störfeld  $H_1^2$  bzw. Magnetfeld  $B_{SL}^2$  der Streifenleitungsantenne und das  $V_{RMS}$ -Signal ist proportional zu Magnetisierung  $M$  der Probe [65]. In Abbildung 4.10 (linkes Bild) sieht man, dass ab etwa  $50$  mW diese Proportionalitäten ihre Gültigkeit verlieren. Die Ursache für diese Beobachtung liegt darin, dass bei etwa  $50$  mW Anregungsleistung die Sättigungsmagnetisierung der DPPH-Probe erreicht wird. Die Daten wurden mit von F. Bloch und A. Abragam vorgeschlagenen Formalismen gefittet [65, 40].

Ergänzend zur vorherigen Messung, wurde das EPR-Signal auch in Abhängigkeit der Anregungsfrequenz der Streifenleitungsantenne gemessen. Damit die Sättigungsmagnetisierung der DPPH-Probe nicht erreicht wird, wurde die Anregungsleistung  $P = 20$  mW gewählt. Bei einem statischen Magnetfeld  $B = 841$  G, das aus der Resonanzbedingung  $\omega = \gamma B$  resultiert, wurde die Anregungsfrequenz mit dem Frequenzgenerator über die Resonanzfrequenz  $\omega$  der Streifenleitungsantenne gesweept. Dabei wurde das EPR-Signal ebenfalls über den demodulierten Ausgang des EPR-Schaltkreises gemessen. Das EPR-Spektrum wurde mit der Gaußfunktion gefittet und damit die Bandbreite  $\Delta f = 5.51 \times 10^7$  Hz berechnet. Aus der Bandbreite  $\Delta f$  lässt sich durch die empirische Formel  $T_2 = 1.52 \times 10^7 \cdot \Delta f$  die longitudinale Relaxation  $T_2 = 3.3 \times 10^{-8}$  s bestimmen. U. Gysin [10] erhält bei einer ähnlichen Messung mit einer Spule für die Relaxationszeit  $T_2 = 2.5 \times 10^{-8}$  s. Das Er-



gebnis dieser Messung ist in Abbildung 4.10 (rechtes Bild) dargestellt. Die Bandbreite  $\Delta f = 5.51 \times 10^7 \text{ Hz}$  des EPR-Signals entspricht einem Magnetfeld  $\Delta B = 19.6 \text{ G}$ . In der Literatur findet man die Bandbreite des EPR-Signals zwischen  $1 \text{ G} - 10 \text{ G}$ . Die gemessene Bandbreite des EPR-Signals mit einer Streifenleitungsantenne liegt um den Faktor zwei ausserhalb dieses Bereichs. Dies hängt damit zusammen, dass das Magnetfeld der Streifenleitungsantenne im Gegensatz zum Magnetfeld einer Spule extrem inhomogen ist. Diese extreme Inhomogenität führt unweigerlich zur Verbreiterung der Bandbreite des EPR-Signals.

In diesem Kapitel wurde demonstriert, dass es möglich ist Streifenleitungsantennen hoher Güte mit dem beschriebenen Herstellungsverfahren zu bauen. Es wurde auch gezeigt, dass sich der Leistungsverlust durch Optimierung der Resonanzlänge  $l$  und -breite  $w$  der Streifenleitung und durch  $50 \text{ }\Omega$ -Anpassung auf etwa 0.6% reduzieren lässt. Der Nachteil der Streifenleitungsantenne liegt darin, dass das generierte Magnetfeld extreme Inhomogenität aufweist und im Gegensatz zum Magnetfeld einer herkömmlichen Spule sehr schlecht lokalisiert ist. Deshalb wäre als Ersatz für die RF-Spule die Streifenleitungsantenne keine gute Alternative. Aber eine Kombination der Streifenleitung und einer Spule, die von Mamin et. al. realisiert wurde, wäre sicherlich eine Alternative gegenüber dem in unserem MRFM-Mikroskop benutzten RF-Schwingkreis [10]. Mamin et al. schlagen vor, die Spule direkt am offenen Ende der Streifenleitungsantenne zu kontaktieren [67]. Dadurch werden einerseits durch die gute Übertragungseigenschaft der Streifenleitung die Leitungsverluste reduziert und andererseits wird durch die Spule ein homogeneres, gut definiertes bzw. lokalisiertes Magnetfeld erzeugt.

## 4.6 RF-Kabel

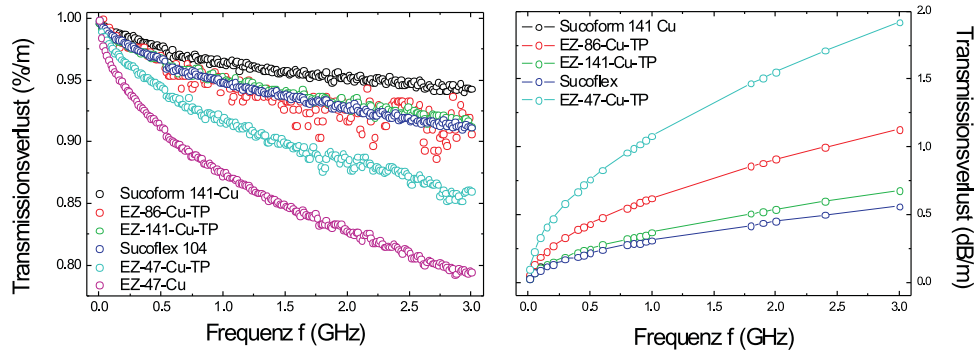
Für die Verbindung der Streifenleitungsantenne im Tieftemperatur-MRFM-Mikroskop im UHV-Kryostat mit dem RF-Generator wird ein RF-Kabel mit der Länge von etwa  $5 \text{ m}$  benötigt. Etwa eine Hälfte des Kabels verläuft innerhalb und die andere Hälfte ausserhalb des Kryostats. Für die beiden Bereiche ist ein geeignetes RF-Kabel mit möglichst geringem Transmissionsverlust erforderlich. Zu diesem Zweck wurden die folgenden RF-Kabel der Firma Huber+Suhner AG untersucht.

Aussen- und Innenleiter aller Koaxialkabel bestehen aus Kupfer. Die Innenleiter der Koaxialkabel sind mit Silber beschichtet. Bei allen Koaxialkabeln wird ausschliesslich Teflon (PTFE: Polytetrafluorethylen) als Dielektrikum eingesetzt. Alle Kabel besitzen eine Impedanz  $Z = 50 \text{ }\Omega$ . Die Transmission dieser Kabel wurden bis  $3 \text{ GHz}$  untersucht (Abbildung 4.11). Im Aussenbereich des Kryostats werden aufgrund der besseren Transmissionseigenschaften die Kabel Sucoflex-104 und Sucoform-141-Cu eingesetzt. Im Inneren des Kryostats wird bis zur ersten Blende<sup>3</sup> Sucoflex-104 eingesetzt. Da der Temperaturunterschied

<sup>3</sup>Die Blenden (Baffle) bestehen aus vergoldetem Kupfer und sind am Probenstab befestigt. Sie sorgen für die Reflexion der thermischen Strahlung des Konus, der durch mechanischen Kontakt mit dem Heliumbad zur Abkühlung des Systems dient [32].

Kabeltyp	$AD$ [mm]	$ID$ [mm]	$DD$ [mm]
EZ-141-Cu-TP	3.58	0.92	2.99
Sucoflex-104	—	—	—
EZ-47-Cu-TP	1.19	0.93	0.29
EZ-86-Cu-TP	2.20	0.51	1.68
Sucoform-141-Cu	3.58	0.95	2.95
EZ-47-Cu	1.19	0.93	0.29

**Tabelle 4.4:** RF-Kabel der Firma Huber+Suhner AG, wobei  $AD$  der Aussenleiter-,  $ID$  der Innenleiter- und  $DD$  der Dielektrikum-Durchmesser ist. Der Sucoflex-104 besteht aus mehreren Schichten und ist mehrfach abgeschirmt. Über Dimension und Material dieses Kabels macht der Hersteller keine Angaben.



**Abbildung 4.11:** Transmissionsverhalten der Kabel bis 3 GHz bei Raumtemperatur.

zwischen dem auf flüssigem Helium gekühlten Mikroskop und der oberen Blende sehr gross ist ( $\sim 250$  K), wurde für den Übergang ein 90 cm langes RF-Kabel aus rostfreiem Stahl hergestellt, um die thermische Leitfähigkeit zu reduzieren [32]. Die thermische Leitfähigkeit von rostfreiem Stahl ( $50.2$  W/mK) ist um etwa eine Grössenordnung kleiner als die thermische Leitfähigkeit von Kupfer ( $385.0$  W/mK). Von der zweiten Blende bis zum Mikroskop wurde das besonders biegsame und weiche Koaxialkabel EZ-86-Cu-TP eingesetzt.

Wie aus der Tabelle 4.5 zu entnehmen ist, beträgt der Gesamtverlust durch die RF-Leitung etwa  $7.13$  dB. In der Annahme, dass in der unmittelbaren Nähe des Mikroskops, der Leistungsverlust des hergestellten RF-Kabels  $1.09$  dB und des kommerziell erhältlichen RF-Kabels vom Typ EZ-47-Cu  $0.58$  dB beträgt, bedeutet dies eine Erwärmung des Systems um etwa  $2.86$  K.

Für die Durchführung der RF-Leitung ins UHV-System stand ein CF-16-Flansch zur Verfügung. Auf der äusseren Flanschseite ist ein SMA-Stecker angebracht und die dem UHV-System zugewandte Flanschseite ist mit einem Pin versehen. Der Pin ist mit dem Innenleiter des SMA-Steckers im Aussenbe-

Kabeltyp	Länge [mm]	Verlust [dB/m]	Verlust [dB]
Sucoform-141	4.05	0.73	2.96
Homemade	0.90	7.29	2.19
EZ-47-Cu	0.30	1.92	0.58
SMA-Stecker	# 11	0.10 dB	1.10
RF-Durchführung	–	–	0.30

**Tabelle 4.5:** Transformationsverlust der verwendeten kommerziellen und hergestellten RF-Kabel bei einer Frequenz  $f = 3.0 \text{ GHz}$ .

reich kontaktiert. Es wurden mehrere Varianten für den Übergang zwischen dem Pin und dem Koaxialkabel, z.B. durch Löten, Kleben usw., ausprobiert. Diese Lösungsvarianten waren teilweise zu gross und das Ergebnis der Transmissionsmessungen nicht zufriedenstellend. Deshalb wurde ein männlicher SMA-Stecker (male) verwendet. Hierbei wurde der Pin des CF-16-Flansches in den Teflon-einsatz des Steckers, anschliessend das Ganze in die Abschirmung des SMA-Steckers eingeführt und dieser mit einer Schraube am Flansch befestigt. D.h. es wurde die Innenleitung des SMA-Steckers durch den Pin des CF-16-Flansches ersetzt. Da diese den gleichen Durchmesser haben, war die  $50 \Omega$  Impedanz automatisch gewährleistet. Mit dieser Lösung konnte der Verlust auf weniger als 3% extrem reduziert werden. Abgesehen davon ist diese Lösungsvariante sehr kompakt, stabil und leicht herstellbar.



# Zusammenfassung

## Kapitel 1

Eines der Hauptziele der Magnetoressonanz-Kraftmikroskopie ist die mechanische Detektion des Spins eines einzelnen Elektrons. Hierzu wurden in den letzten Jahren im Institut für Physik der Universität Basel ein Tieftemperatur-UHV-MRFM-System aufgebaut. Das erste Kapitel beinhaltet eine Einführung in die Funktionsweise der Magnetoressonanz-Kraftmikroskopie. Im Anschluss daran werden das Tieftemperatur-UHV-System und das iOSCAR-Protokoll, das für die Messung bzw. Manipulation des Spins eines Elektrons entwickelt wurde, vorgestellt. Das von der magnetischen Spitze erzeugte Magnetfeld und der Feldgradient wurden berechnet. Der aus der Überlagerung des Magnetfeldes der Spitze mit dem statischen Magnetfeld resultierende Resonanzbereich wurde ebenfalls berechnet. Um die Wechselwirkung zwischen der Probe und der magnetischen Spitze des Cantilevers zu untersuchen, wurden Kraft-Distanz- und Kontaktpotenzial-Messungen durchgeführt. Mit der Magnetometrie-Messung wurden das magnetische Moment und die Magnetisierung der Spitze des Cantilevers untersucht. Abgesehen davon wurde die Wechselwirkung zwischen der magnetischen Spitze des Cantilevers und dem statischen Magnetfeld untersucht. Das Kapitel wird mit der ESR-Messung, die an einer bestrahlten Quarz-Probe vorgenommen wurde, abgeschlossen.

## Kapitel 2

Für die mechanische Detektion des Spins eines einzelnen Elektrons sind Cantilever mit einer Kraftsensitivität im Attonewtonbereich erforderlich. Cantilever mit einer Kraftsensitivität in diesem Bereich sind kommerziell nicht erhältlich. Um die Kraftsensitivität des Cantilevers zu erhöhen, wurden verschiedene Typen von Cantilevern unter Ultrahochvakuum-Bedingung getempert. Durch das Tempern der Cantilever konnte die Kraftsensitivität bei allen untersuchten Cantilevern um mindestens eine Größenordnung erhöht werden. Im Kapitel 2 wird die Methode des Amplitudenzerfalls für die Bestimmung der Güte und des Reibungskoeffizienten des Cantilevers vorgestellt. Mit dieser Methode wurde die Kraftsensitivität der untersuchten Cantilever vor und nach dem Tempern bestimmt. Anschliessend wird die mögliche Oberflächenänderung des Cantilevers, der die Verbesserung der Kraftsensitivität des Cantilevers zu Grunde liegt, diskutiert. Es wird davon ausgegangen, dass von vier möglichen Oberflächen-

verbindungen  $Si - H$ ,  $Si - OH$ ,  $Si - O - H$  und  $Si - O$  nach dem Tempern bei etwa  $T \approx 600\text{ }^{\circ}C$  nur die  $Si - H$ - und  $Si - O$ -Verbindungen übrig bleiben.

### Kapitel 3

Für die Vorcharakterisierung der Probe und des Cantilevers wurde ein AFM-Mikroskop hergestellt. Das Mikroskop verfügt über einen Linearmotor für die grobe Annäherung der Probe und des Cantilevers. Das Piezoröhrchen dient zur Untersuchung bzw. zum Scannen der Probenoberfläche mit der Cantileverspitze. Um das  $A - B$ -Signal des 4Q-Detektors auf null Volt abgleichen zu können, wurde ein Spiegelmotor hergestellt. Mit dem AFM-Mikroskop wurde die minimale topografische Auflösung des Cantilevers mit einer magnetischen Spitze in Kontakt- und Nichtkontakt-AFM-Modus untersucht. An Hand der Silizium-Testgitter konnten gezeigt werden, dass die Auflösungsgrenze des mit einer magnetischen Spitze präparierten Cantilevers sowohl in Kontakt- als auch in Nichtkontakt-AFM-Modus deutlich unter  $400\text{ nm}$  liegt.

### Kapitel 4

Im Kapitel 4 wird die Herstellung und Charakterisierung der Streifenleitungsantennen diskutiert. Ziel dieses Projektes ist die Herstellung von Streifenleitungsantennen im  $GHz$ -Bereich, die bei tiefen Temperaturen und unter UHV-Bedingung einsetzbar sind. Abgesehen davon soll die Streifenleitungsantenne, die als Ersatz für die RF-Spule in unserem MRFM-Mikroskop vorgesehen ist, eine um mindestens eine Größenordnung höhere Güte besitzen, als die der herkömmlichen Spulen in diesem Frequenzbereich. In diesem Kapitel wird die Theorie, die für das Design und die  $50\Omega$ -Anpassung der Impedanz der Streifenleitungsantennen herangezogen wurde, behandelt. Im experimentellen Teil werden die Messung und die Optimierung der Resonanzfrequenz und der Güte der Streifenleitungsantennen aus unterschiedlichen Materialien diskutiert. Es werden Streifenleitungsantennen mit einer Güte über 200 und einer  $50\Omega$ -Impedanz mit sehr geringem Leistungsverlust (kleiner als  $0.05\text{ dB}$ ) vorgestellt. Mit den Streifenleitungsantennen wurden ESR-Messungen an einer DPPH-Probe vorgenommen. Hierfür wurde ein Schaltkreis, der bis  $3\text{ GHz}$  einsetzbar ist, hergestellt. Aus dem EPR-Spektrum wurde die longitudinale Relaxationszeit  $T_2 = 3.3 \times 10^{-8}\text{ s}$  bestimmt. Für die Verbindung der Streifenleitungsantennen im MRFM-Mikroskop mit dem RF-Generator werden ein RF-Kabel und eine RF-Durchführung benötigt. Das Kapitel wird mit der Untersuchung der Verlustmechanismen des RF-Kabels und der RF-Durchführung abgeschlossen.

# Literaturverzeichnis

- [1] L. Ciobanu and C.H. Pinnington. *Journal of Magnetic Resonance*, 158:178, 2002.
- [2] A. Blank, C.R. Dunnam, P.P. Borbat, and J.H. Freed. *Journal of Magnetic Resonance*, 165:116, 2003.
- [3] D. Rugar, C.S. Yannoni, and J.A. Sidles. *Nature*, 360:563, 1992.
- [4] O. Züger, S.T. Hoen, C.S. Yannoni, and D. Rugar. *J. Appl. Phys.*, 79:1881, 1996.
- [5] B.C. Stipe, H.J. Mamin, C.S. Yannoni, T.D. Stowe, T.W. Kenny, and D. Rugar. *Phys. Rev. Lett.*, 87:277602, 2001.
- [6] D. Rugar, R. Budakian, H.J. Mamin, and B.W. Chui. *Nature*, 430:329, 2004.
- [7] J.L. Garbini and J.A. Sidles. <http://courses.washington.edu/goodall/MRFM>.
- [8] H.J. Mamin, R. Budakian, B.W. Chui, and D. Rugar. *Phys. Rev. B*, 72:244131, 2005.
- [9] U. Gysin, S. Rast, P. Ruff, D.W. Lee E. Meyer, P. Vettiger, and C. Gerber. *Phys. Rev. B*, 69:45403, 2004.
- [10] U. Gysin. *Temperaturverhalten der Elastizität und inneren Reibung mikro-mechanischer Resonatoren*. Dissertation, Universität Basel, 2002.
- [11] P. Ruff. Diplomarbeit, Universität Basel, 2005.
- [12] <http://www.magnetweb.com>.
- [13] R. Budakian, H.J. Mamin, and D. Rugar. *Phys. Rev. Lett*, 92:37205, 2004.
- [14] H.J. Mamin, R. Budakian, B.W. Chui, and D. Rugar. *Phys. Rev. Lett*, 91:207604, 2003.
- [15] C.P. Slichter. *Principles of Magnetic Resonance*. Springer Verlag, 3. Auflage, 1982.
- [16] D. Rugar, O. Züger, C.S. Yannoni S. Hoen, H.M. Vieth, and R.D. Kendrick. *Science*, 264:1560, 1994.

- 
- [17] G.P. Berman, D.I. Kamenenv, and V.I. Tsifrinovich. *Phys Rew. A*, 66:234051, 2002.
- [18] Mewasa AG. <http://www.mewasa.ch>.
- [19] Janis Reserch Company INC. <http://www.janis.com>.
- [20] H.R. Hidber. *persönliche Mitteilung*.
- [21] S. Rast. *persönliche Mitteilung*.
- [22] J.A. Sidles, J.L. Garbini, K.J. Bruland, D. Rugar, O. Züger, S. Hoen, and C.S. Yannoni. *Review of Modern Physics*, 67:249, 1995.
- [23] T.R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, and D. Rugar. *J. Appl. Phys.*, 69:668, 1990.
- [24] F.J. Giessibl. *Phys. Rev. B*, 56:16010, 1997.
- [25] J.D. Jackson. *Klassische Elektrodynamik*. de Gryter, 2. Auflage, 1982.
- [26] P.C Hammel, D.V. Pelekhof, P.E. Wigen, T.R. Gosnell, M.M. Mizdor, and M.L. Rouke. *Proceedings IEEE*, 91:789, 2003.
- [27] J.B. Wachtman, W.E. Tefft, D.G. Lam, and C.S. Apstein. *Phys. Rev.*, 122:1754, 1961.
- [28] U. Rabe, K. Janser, and W. Arnold. *Rev. Sci. Instrum.*, 71:3281, 1996.
- [29] M.S. Jean, S. Hudlet, C. Guthmann, and J. Berger. *Phys. Rev. B*, 56:15391, 1997.
- [30] S. Hudlet, M.S. Jean, C. Guthmann, and J. Berger. *Eur. Phys. J. B*, 25:5, 1998.
- [31] M. Guggisberg, M. Bammerlin, C. Loppacher, A. Abdurixit O. Pfeiffer, V. Barwich, R. Bennewitz, E. Meyer, and H.-J. Güntherodt. *Phys. Rev. B*, 61:11151, 2000.
- [32] G. Moresi. *Magnnetic resonance force microscopy: Interaction forces and channels of energy dissipation*. Dissertation, Universität Basel, 2005.
- [33] M. Guggisberg. *Lokale Messung von atomaren Kräfte*. Dissertation, Universität Basel, 2000.
- [34] O. Pfeiffer. *Quantitative dynamische Kraft- und Dissipationsmikroskopie auf molekularer Skala*. Dissertation, Universität Basel, 2004.
- [35] B.C. Stipe, H.J. Mamin, T.D. Stowe, T.W. Kenny, and D. Rugar. *Phys. Rev. Lett.*, 86:2874, 2001.
- [36] J.A. Marohn, R. Fainchtein, and D.D. Smith. *Appl. Phys. Lett*, 73:3778, 1998.



- [37] M.F. Campos and F.J.G. Landgraf. *Material Science Forum*, 498.
- [38] S. Stoyanov, V. Skurmryev, Y. Zhang, Y. Huang, and G. Hadjipanayis. *Jour. Appl. Phys.*, 93:7592, 2003.
- [39] A.H. Morrish. *The Physical Principles of Magnetism*. IEEE Press, 2001.
- [40] A. Abragam. *The Principal of Nuclear Magnetism*. Oxford University Press, Oxford, 1961.
- [41] G.P. Berman, F. Bogonovi, and V.I Tsifrinovic. *Phys. Lett. A*, page 187, 2004.
- [42] G.P. Berman, V.N. Gorshkov, D. Rugar, and V.I. Tsifrinovich. *Journal of Magnetic Resonance*, 68:94402, 2003.
- [43] G.P. Berman, F. Borgonovi, H.S. Goan, S.A. Gurvitz, and V.I. Tsifrinovich. *Phys. Rew. B*, 67:94425, 2003.
- [44] R. Konecny and D.J. Doren. *J. Chem. Phys.*, 106:2426, 1996.
- [45] M.K. Weldon, K.T. Qweeney, Y.J. Chabal, B.B. Stefanov, and K. Raghavachari. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 17:1795, 1999.
- [46] M.K. Weldon, V.E. Marsico, Agarwal, D.J. Eaglesham, J. Sapjeta, W.L. Brown, D.C. Jacobson, Y. Caudano, S.B. Christman, and E.E. Chabal. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 15:1065, 1997.
- [47] M.K. Weldon, B.B. Stefanov, K. Rahavachari, and Y.J. Chabal. *Phys. Rev. Lett.*, 79:2851, 1997.
- [48] A. Esteve, Y. J. Chabal, K. Raghavachari, M.K. Weldon, K. T. Qweeney, and M. J. Rouhani. *Phys. Rev. Lett.*, 79:2851, 1997.
- [49] J.W. Mayer and S.S. Lau. *Electronic Materials Science: For Integrated Circuits in Si and GaAs*. MacMilan, New York, 1990.
- [50] E.A. Irene. *J. Electrochem. Soc.*, 125:1708, 1978.
- [51] M Chandler, Y.Z. Li, J.C. Patrin, and J.H. Weaver. *Phys. Rev. B*, 48:2493, 1993.
- [52] L.Andersohn and U. Köhler. *Surf. Sci.*, 284:77, 1993.
- [53] Y.J. Chabal and S.B. Christman. *Phys. Rev. B*, 29:6974, 1984.
- [54] X.-L. Zhou, C.R. Flores, and J.M. White. *Appl. Surf. Sci.*, 62:223, 1992.
- [55] R.K. Schulze and J.F. Evans. *Appl. Surf. Sci.*, 81:449, 1994.
- [56] NTD Staveley NDT Technologies. <http://www.staveleyndt.com>.
- [57] Nanosensors Pointprobe. <http://www.nanosensors.com>.

- [58] Norland Optical Adhesive 65. <http://www.norlandprod.com>.
- [59] T.C. Edward. *Foundation for Microstrip Circuit Design*. John Willy and Sons, Chichester . New York . Brisbane . Toronto, 1981.
- [60] O. Zinke. *Lehrbuch der Hochfrequenztechnik: Mikrostreifenleitung (Microstrip)*. Springer-Verlag, Berlin, 1990.
- [61] R. Ludwig and P. Bretchko. *RF Circuit Design: Theory and Application*. Prentice-Hall, Inc, 2000.
- [62] E.O. Hammerstad and F. Bekkadal. *A Microstrip Handbook*. ELAB Report, University of Trondheim, 1975.
- [63] K.C. Gupta. *Microstrip Line and Slotline*. Artech House, Inc, 1979.
- [64] Bergmann und Schäfer. *Lehrbuch der Experimentalphysik: Bestandteile der Materie*. de Gryter, Berlin, 2003.
- [65] F. Bloch. *Physical Review*, 70:460, 1946.
- [66] F. Tiefenbacher. *Ausmessen einer hochfrequenten Sendespule mittels Elektronen Spin Resonanz*. Diplomarbeit, Universität Basel, 1997.
- [67] H.J. Mamin, R. Budakian, and D. Rugar. *Rew. Sci. Ins.*, 74:2749, 2003.

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich gerne bei allen bedanken, die zum Entstehen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben. Vor allem möchte ich mich bei Prof. H.-J. Güntherodt und Prof. E. Meyer bedanken, die den finanziellen Rahmen für diese Arbeit geschaffen haben und mir die Möglichkeit gegeben haben diese durchführen zu können.

Darüberhinaus möchte ich mich bei Herrn Dr. Simon Rast bedanken, der mich in die Welt der AFM-, STM- und MRFM-Mikroskopie eingeführt hat und stets ein offenes Ohr für meine Fragen diesbezüglich hatte, sowie die Geduld aufgebracht hat, mir die komplexen physikalischen Zusammenhänge zu erklären. Ich möchte mich ebenfalls bei Herrn Dr. Urs Gysin bedanken, der mir mit wertvollen Tipps zur Seite stand und mich an seinem umfangreichen Wissen stets teilhaben liess. Ein besonderer Dank gilt Herrn J.-P. Ramseyer, unserem ehemaligen Techniker, der über den Inhalt aller Schränke im Institut genau Bescheid weiss und mir während meiner Doktorarbeit grossartig geholfen hat. Ich möchte mich auch bei Herrn Dr. Giorgio Moresi, ehemaliger Doktorand in unserer Gruppe, für den Austausch und für die humorvollen Stunden bedanken. Herrn Patric Ruff, unserem jetzigen Techniker, möchte ich für seine herausragende und exzellente Arbeit und für seine Hilfsbereitschaft danken.

Bei Frau Weaver, Frau Vetter, Frau Kalt und Frau Kammermann bedanke ich mich für die hervorragende administrativen Arbeit und für ihren freundlichen Umgang.

Bei den mechanischen Werkstätten, insbesondere Herrn P. Cattin, H. Breitenstein, S. Martin, S. Messmer, S. Muamedali und schliesslich J. Silvester für seine präzise Arbeit, bei der Herstellung einiger komplexer Teile für das AFM-Mikroskop möchte ich mich bedanken. Ein besonderer Dank gilt Herrn W. Roth, der mich in die Kunst der Drehmaschine eingeführt hat und teilweise zu später Stunde mir bei der Herstellung mancher Teile tatkräftig zur Seite gestanden hat.

Bei den Elektronikwerkstätten, insbesondere bei Herrn H.-R. Hidber, A. Tonin, R. Mafiolini und C. Wehrle sowie bei Herrn M. Steinacher, B. Heiman und W. Erni möchte ich mich für ihre hervorragende und engagierte Unterstützung herzlich bedanken.

Ich möchte mich gerne auch bei der UHV-AFM-Gruppe von Prof. Meyer bedanken, die mir immer wieder ihre Instrumente ausgeliehen hat. Ein besonderer Dank gilt Herrn E. Gnecco, der mir seinen Computer vermacht hat. Ich möchte mich bei Dr. R. Bennewitz und insbesondere bei Dr. L. Nony und bei Dr. O. Pfeiffer für die Installation und Einführung in Spectris (Computerprogramm) bedanken. Bei den ehemaligen und jetzigen Zimmerkollegen Dr. Sacha Schär, Dr. Anisora Socoliuc, Dominique Schär, Lars Zimmerli, Sabine Maier und Dr. Thilo Glatzel möchte ich mich für ihre Diskussionsbereitschaft und für das angenehme Arbeitsklima bedanken.

Ich möchte mich bei meiner geliebten Freundin Heidi Gruber bedanken, die mir beim Korrekturlesen dieser Arbeit mit viel Engagement zur Seite stand. Darüber hinaus weiss ich ihre Geduld und ihr Verständnis für meine geistige Abwesenheit und Unpünktlichkeit in den letzten Monaten sehr zu schätzen.

Mein grösster Dank richtet sich an meine liebe Mama, die mich jederzeit unterstützt und an mich geglaubt hat. Schliesslich möchte ich all meinen Geschwistern, bei denen ich in letzter Zeit weniger Präsenz gezeigt habe, für ihr Verständnis und ihre Unterstützung danken.

Zum Schluss bedanke ich mich bei der TOPNANO21 und dem Schweizerischen Nationalfonds (SNF), die dieses Projekt finanziell unterstützt haben.

Rahim Hamid  
Basel, Schweiz  
10. Oktober 2005

# Curriculum Vitae

## Rahim Hamid

03.08.1972	Geboren in Kabul als Sohn von Khalilullah und Habiba Hamid
1978-1984	Besuch der Grund- und Mittelschule in Kabul
August 1989	Besuch des Wentzinger Gymnasiums in Freiburg im Breisgau und Abitur im Juli 1994
August 1994	Beginn des Physik und Informatik Studiums an der Albert-Ludwigs Universität Freiburg im Breisgau
August 1997	Vordiplom in Physik
März 2000	Beginn der Diplomarbeit am Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik in Freiburg zum Thema „Elektro- und magnetooptische Untersuchungen an InAs/GaSb/AlSb-Quantenfilmstrukturen und InAs/GaInSb-Übergittern“
September 2001	Abschluss des Physikstudiums
Seit Juni 2002	als Doktorand und Forschungsassistent in der Gruppe von Prof. E. Meyer im Institut für Physik der Universität Basel

## Folgende Dozenten verdanke ich meine Ausbildung:

Prof. K. Pohlmeier, Prof. C. Bär, Prof. T. Ottmann, Prof. C. Schlier, Prof. J. Flum, Prof. H. Vahrenkamp, Prof. A. Blumen, Prof. R. Brenn, Prof. J.S. Briggs, Prof. H. Grabert, Prof. H. Helm, Prof. J. Honerkamp, Prof. K. Königsmann, Prof. H. Römer, Prof. J.J. van der Bij, Prof. O. von der Lüche, Prof. A. Bamberger, Prof. W. Soergel, Prof. J. Spilker, Prof. H.-J. Wagner, Prof. Güntherodt und Prof. E. Meyer